



*Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos,  
Canales y Puertos.*

**UNIVERSIDAD DE CANTABRIA**



# **ADAPTACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE ESCALONES DE CARGA INCREMENTALES PARA SU APLICACIÓN AL ENSAYO SMALL PUNCH EN CONDICIONES DE FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO**

Trabajo realizado por:

***JON DELGADO MAOÑO***

Dirigido:

***BORJA ARROYO MARTÍNEZ***

***JOSÉ ALBERTO ÁLVAREZ LASO***

Titulación:

**Grado en Ingeniería Civil**

Mención:

**Hidrología**

Santander, septiembre de 2021

**TRABAJO FIN DE GRADO**

<b>TÍTULO</b>	Adaptación de la metodología de escalones de carga incrementales para su aplicación al ensayo Small Punch en condiciones de fragilización por hidrógeno.
<b>AUTOR</b>	Jon Delgado Maoño
<b>DIRECTORES</b>	Borja Arroyo Martínez / José Alberto Álvarez Laso
<b>TITILACIÓN</b>	Grado en ingeniería civil con mención en hidrología
<b>FECHA</b>	Septiembre de 2021

#### **Palabras clave**

ASTM F1624, Small Punch, Fragilización por hidrogeno, Ensayo por escalones.

## **RESUMEN**

### **ANTECEDENTES**

Los aceros que durante su vida útil quedan expuestos a ambientes agresivos, como la corrosión bajo tensión o la fragilización por hidrogeno, tienen que ser evaluados, tanto en la fase de diseño como en las instalaciones que con ellos se construyan, especialmente cuando se utilizan aceros de medio o alta resistencia, que son más susceptibles a estos fenómenos. Existen una serie de ensayos normalizados capaces de evaluarlos, que consisten en la sollicitación de cargas constantes de probetas expuestas a ambientes agresivos. Los inconvenientes de estos ensayos son la gran cantidad de probetas necesarias y el tiempo que conllevan los ensayos, además de las incertidumbres de los resultados.

Por esta razón, y atendiendo a las necesidades, se publicó la normativa ASTM F1624, que consiste en el ensayo de materiales en ambientes mediante el empleo de la técnica de sollicitación por escalones de carga incrementales. La ventaja que presenta esta norma es la rápida obtención de la tensión umbral en un cierto ambiente agresivo, alrededor de una semana, y con una pequeña cantidad de muestras, mínimo 3.

Por otro lado, existen situaciones donde no es posible destinar una gran cantidad de material al ensayo capaz de satisfacer los estándares. Para solventar esta problemática, durante los últimos años se vienen utilizando nuevas técnicas de ensayo, donde el ensayo de Small Punch ocupa un lugar de referencia. Se trata de un ensayo recientemente normalizado, que consiste en deformar una probeta plana de muy pequeñas dimensiones hasta la rotura mientras se registran las cargas y el desplazamiento del punzón utilizado.

Ha sido empleada en la estimación de propiedades de tracción, fractura y creep con éxito, y su aplicación en ambientes adversos ha sido validada.

## **PLANTEAMIENTO**

En el presente trabajo, se propone la metodología de ensayo de ensayo por escalones incrementales a la técnica Small Punch en condiciones de fragilización por hidrogeno. Para ello, se proponen modificaciones basadas en las características del ensayo Small Punch, consistiendo principalmente en la duración de los escalones de carga.

Esta adaptación pretende proponer una alternativa a los ensayos convencionales cuando no resulten factibles, o ya bien cuando se desee una estimación rápida y sencilla por motivos económicos, que permita la estimación del umbral en ambiente.

Para el desarrollo del trabajo, se han seleccionado dos aceros, de media y alta resistencia, sometidos a un ambiente de fragilización por hidrogeno, simulado mediante la técnica de polarización catódica en un electrolito ácido de 1N de  $H_2SO_4$  en  $H_2O$  en el que se han aplicado tres niveles de agresividad.

## **RESULTADOS**

Como referencia, se han llevado a cabo ensayos normalizados sobre probetas cilíndricas de acuerdo con la norma ASTM F1624, los cuales ha sido después comparados en base con una batería de ensayos Small Punch realizados según la metodología propuesta en condiciones homólogas, tanto a nivel de parámetros mecánicos como en lo referente a sus micro mecanismos de fallo basados en observaciones mediante microscopía electrónica de barrido. Se ha concluido que la metodología propuesta es capaz de reproducir los fenómenos ambientes y micro mecanismos observados en la técnica normalizada, con lo que la misma ha quedado validada.

<b>TITLE</b>	Adaptation of the Step loading methodology for its application to the Small Punch Test in hydrogen embrittlement scenarios.
<b>AUTHOR</b>	Jon Delgado Maoño
<b>SUPERVISORS</b>	Borja Arroyo Martínez / José Alberto Álvarez Laso
<b>DEGREE</b>	Grado en ingeniería civil con mención en hidrología
<b>DATE</b>	September 2021

#### **Keywords**

Small Punch, ASTM F1624, Hydrogen Embrittlement, Step Loading Technique

## **ABSTRACT**

### **BACKGROUND**

Materials exposed to extreme conditions, such as Stress Corrosion Cracking or Hydrogen Embrittlement, must be assessed against these, both in the design phase and in the corresponding facilities that build them, especially in the case of medium and high strength steels, which present the greatest susceptibility to these phenomena. There are a number of standardised tests capable of assessing them, which usually consist of applying constant stress loads to specimens exposed to extreme conditions. These testing techniques present problems such as the demand for a large amount of time, as well as anomalies in the results, and the need for a considerable number of samples.

Owing to the findings listed above, the ASTM F1624 standard was published a few years ago, which specialises in testing materials exposed to conditions using the Step Loading Technique. The main advantages of this technique lie in the possibility of obtaining the stress threshold in a specific extreme condition in a relatively short period of time (around a week), with a reduced number of specimens (minimum of 3).

On the other hand, there are situations where it is not possible to allocate enough material to obtain specimens according to conventional standards. This situation has been solved in recent years through the use of novel quasi-non-destructive techniques, among which the Small Punch test is a reference today. This is a pre-normative phase test, which consists of deforming a small flat specimen until breakage occurs, while the applied load and the displacement of the punch are recorded. This test has been successfully employed

in the estimation of tensile properties, fracture, and creep. More recently, its application in adverse conditions has also been validated.

## **APPROACH**

In this project, the Step Loading Technique is proposed as a testing methodology for the Small Punch technique, under Hydrogen Embrittlement conditions. In order to do so, modifications are proposed based on the characteristics inherent to the Small Punch test and the dimensions of the specimens, mainly consisting of duration changes to the step loads, among other factors.

The aim is to provide an alternative to conventional tests, where these are not feasible, or where a quick and simple estimate is required for financial purposes, as this method allows for an estimation of the threshold in a specific condition within few days. The proposed methodology ensures simplicity and quickness, as well as a financially friendly option, all key aspects of the Small Punch test.

To materialise the aforementioned approach, two steels have been selected, of medium and high strength, and subject to a simulated Hydrogen Embrittlement environment by means of the Cathodic Polarization Technique in an acidic electrolyte (such as 1N of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in H<sub>2</sub>O), in which three different levels of severity have been applied.

## **RESULTS**

As a reference, standard tests have been carried out on cylindrical specimens according to the ASTM F1624 standard, which have then been compared to a set of Small Punch tests carried out under homologous conditions according to the proposed methodology, regarding both mechanical and micro-mechanisms based on scanning electron microscopy observations.

It has been concluded that the proposed methodology is capable of reproducing the environmental phenomena and micro-mechanisms observed in the standardised technique; therefore, confirming its validity.

# TABLA DE CONTENIDO

1.	Introducción y objetivos .....	8
2.	Estado del arte .....	10
2.1	Fragilización por hidrógeno.....	10
2.1.1	Generalidades.....	10
2.2	El ensayo Small Punch .....	14
2.2.1	Historia.....	14
2.2.2	Dispositivo experimental .....	16
2.2.3	Probetas Small Punch .....	17
2.2.4	Procedimiento del ensayo .....	18
2.2.5	Resultados de los ensayos.....	18
2.2.6	Determinación de las propiedades empíricas de tracción mediante ensayos Small Punch .....	21
2.2.7	Correlaciones empíricas entre las propiedades de tracción y los resultados del ensayo Small Punch.....	21
2.2.8	Aproximaciones analíticas para la determinación de las propiedades de tracción a partir de ensayos Small Punch .....	22
2.2.9	Determinación de las propiedades de tracción mediante herramientas numéricas .....	22
2.3	Norma ASTM F-1624.....	23
3.	Materiales y métodos.....	26
3.1	Introducción .....	26
3.2	Materiales.....	26
3.2.2	Presentación .....	26
3.2.3	Acero X80.....	26
3.2.4	Acero S420 .....	28
3.3	Ambientes fragilizantes .....	31
3.4	Métodos .....	32

3.4.1	Ensayos de tracción por escalones según la norma ASTM F1624.....	32
3.4.2	Adaptación del ASTM F1624 a Small Punch.....	33
4.	Resultados.....	38
4.1	Resultados experimentales.....	38
4.1.2	Resultados experimentales según ASTM F1624 .....	38
4.2	Resultados propuesta Small Punch con escalones de carga .....	44
4.2.1	Propuesta Small Punch en acero X80 .....	45
4.2.2	Propuesta Small Punch en acero S420.....	49
4.3	Comparación de ambas técnicas .....	52
4.4	Concentración de hidrogeno en las probetas .....	54
5.	Conclusiones.....	56
5.1	Conclusiones .....	56
5.2	Trabajo futuro .....	57
6.	Bibliografía.....	59

# 1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

Es una realidad que cada día la demanda energética por la industria es mayor, esta creciente demanda ha obligado a aumentar e impulsar el desarrollo de infraestructuras de petróleo y gas durante muchos años, y, para minimizar el coste de producción, aceros de mayores resistencias. El efecto del medio ambiente en estos aceros, de resistencia media y alta, cuando operan en ambientes marinos combinados con sistemas de protección catódica necesarios para protegerlos ante la corrosión, o los típicos de la presencia de  $H_2S$  en las tuberías de transporte de gas, produce efectos de fragilización por hidrogeno, que supone una degradación considerable de las propiedades mecánicas de los aceros, produciendo fallos críticos.

Es por ello por lo que, es necesario evaluar los componentes expuestos a esos ambientes agresivos, para determinar con exactitud y conocer esa pérdida de sus propiedades mecánicas. Las normativas ISO 7539 y ASTM E1681, entre otras, recogen las consideraciones a tener en cuenta para hacer estos ensayos. El ensayo más utilizado, es el ensayo de tracción a baja velocidad de deformación SSRT, que consiste en exponer a un cierto ambiente agresivo a un conjunto de probetas de tracción bajo unas cargas constantes uniaxiales, aplicadas de forma decreciente, hasta encontrar la carga por la cual la rotura no llega a producirse, es decir, su carga o tensión umbral. El mayor inconveniente de este tipo de ensayo es el número de probetas necesarias, entre 12 y 14, y el tiempo de duración total, pudiendo ser más de 10.000 horas, además de la inexactitud de determinación de la carga umbral.

Para solucionar este problema, se publicó en la norma ASTM1624 [1], la metodología para ensayar las probetas por escalones incrementales de cargas constantes, en ambientes agresivos, hasta su rotura. Este método, permite encontrar el umbral de fallo en aceros expuestos a esos ambientes en una semana aproximada de tiempo, y, con al menos 3 probetas.

El ensayo que se usará en este trabajo, el ensayo Small Punch, consiste en el punzonamiento de una probeta metálica de pequeñas dimensiones, deformándola hasta



su rotura. Este tipo de ensayo, creado en el MIT en los años 80, para estudiar la fragilización por irradiación neutrónica, se ha desarrollado mucho desde su invención. El éxito del ensayo de Small Punch reside en la facilidad del propio ensayo, en la rapidez que supone, y dadas las pequeñas dimensiones de la probeta, de  $1\text{cm}^2$  y de 0.5mm de espesor, que facilitan su extracción de cualquier material, en lo económicamente viable que es. Con las curvas obtenidas en los ensayos, se han desarrollado metodologías para determinar valores de las propiedades a tracción de los materiales ensayados, como el límite elástico, la tensión de rotura y la tenacidad a fractura.

El objetivo de este trabajo de fin de grado es aplicar al ensayo de Small Punch la técnica de carga de escalones incrementales, para medir y comparar el umbral por la fractura por hidrogeno en dos metales, el X80, un metal usado principalmente en la fabricación de tuberías expuestas a ambientes corrosivos en diversas industrias, y el S420, un metal estructural, simulando dos ambientes de fragilización por hidrogeno mediante polarización catódica por corrientes de  $1\text{mA}/\text{cm}^2$ ,  $5\text{mA}/\text{cm}^2$  y  $10\text{mA}/\text{cm}^2$  en un electrolito ácido de 1N de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  en  $\text{H}_2\text{O}$ , con el fin de comparar los resultados y obtener una correlación entre los ensayos propuestos y los de la norma ASTM1624 [2] en ambos ambientes de fragilización. Se realizaron ensayos de tracción estándar en probetas cilíndricas en los mismos entornos de fragilización siguiendo la norma ASTM F1624, para validar la metodología propuesta. Para poder adaptar la norma antes citada a los ensayos de Small Punch, se modificaron los tiempos de los escalones de carga, proponiendo unos más cortos, dadas las pequeñas dimensiones de las probetas y la velocidad de perforación de estas. De esta forma, se consigue obtener un umbral de carga con entre dos y tres probetas, pudiendo obtener los resultados en menos de una semana.

## 2. ESTADO DEL ARTE

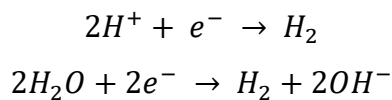
### 2.1 Fragilización por hidrógeno

#### 2.1.1 Generalidades

El daño producido por la fragilización por hidrogeno en aceros se manifiesta por una serie de perdida de propiedades mecánicas, es un proceso de degradación de estas. El estudio de la fragilización por hidrogeno es muy importante, sobre todo en aceros que están expuestos a condiciones ambientales agresivas que lo propicien, como plataformas off-shore, recipientes de presión o tuberías en industria energética o incluso vehículos de propulsión con células de hidrogeno. Este problema debe de ser tenido en cuenta desde los procesos de fabricación de los aceros, ya que algunos procesos de fabricación pueden facilitar la introducción de hidrogeno dentro de la estructura, como por ejemplo en procesos de galvanizado y soldaduras.

#### *El hidrogeno en la microestructura*

Existen diferentes formas en las que aparece el hidrógeno en la superficie de un metal, cabe mencionar la reducción catódica del mismo a partir del agua en soluciones acuosas, según las siguientes ecuaciones:



Las reacciones catódicas mencionadas aparecen en los procesos de corrosión ordinarios y en especial en los elementos que tienen protecciones catódicas. El hidrógeno penetra en la estructura atómica del metal donde se reconvierte en el estado molecular  $H_2$ . En algunos casos este proceso lo favorecen las condiciones en las que se encuentra el metal,

por los procesos industriales a los que está sometido o por la protección catódica que se le pueda dar durante su vida útil.

Otro aspecto muy a tener en cuenta son las condiciones del ambiente, ya que, por ejemplo, algunos venenos pueden retardar la conversión del hidrogeno atómico en nuclear, que hace permanecer a éste mas tiempo en contacto con la superficie del metal, que favorece la introducción dentro del mismo, venenos como el antimonio, el arsénico, el fósforo y el azufre, siendo este último el más común en los fluidos geológicos como el petróleo, el gas, o incluso las aguas termales. Por lo que en el caso del  $H_2S$ , el sulfuro de hidrógeno es importante la aportación tanto de hidrógeno como de azufre.

La fragilización por hidrógeno puede aparecer también durante algunos procesos de fusión, donde el hidrógeno pudiera quedar atrapado dentro de la estructura del metal en los procesos de enfriamiento.

#### *Fragilización por hidrógeno y corrosión bajo tensión*

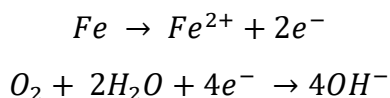
La fragilización por hidrógeno y la corrosión bajo tensión, producen efectos parecidos sobre los metales, ya que ambas producen fracturas frágiles en ambientes agresivos y tensiones continuas. Una polarización catódica en un metal nos servirá para evitar los efectos de la corrosión bajo tensión, esto es, protegerlo, pero produce la aparición de la fragilización por hidrógeno, en todos estos procesos de protección catódica, galvanizados, electroplateados, etc.

Las fisuras que produce la corrosión bajo tensión tienen formas ramificadas, mientras que las producidas por la fragilización por hidrogeno son rectas, con un mecanismo de propagación transgranular o mixto, y con una velocidad de propagación mayor que las fisuras de corrosión bajo tensión.

#### *Procesos de protección y polarización catódicas*

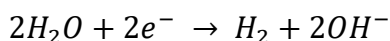
La fragilización por hidrogeno se produce, en muchos casos como consecuencia de las protecciones catódicas, con el objetivo de evitar las corrosiones que se producen en las

aleaciones metálicas. En una aleación férrea, en contacto con una solución ácida, las reacciones que se presentan en el ánodo y el cátodo serán, respectivamente:



La protección catódica, reduce la velocidad de reacción (1) hasta un potencial de corrosión  $E_{corr}$ , y, por lo tanto, la velocidad de disolución por medio de exceso de electrones que desplaza la reacción (1) hacia la izquierda. Ese exceso de electrones hace que aumente la reducción de oxígeno y la velocidad de producción de  $OH^{-}$  (2).

Si la polarización catódica es suficiente, se producirá la reducción de  $H_2O$ , según:



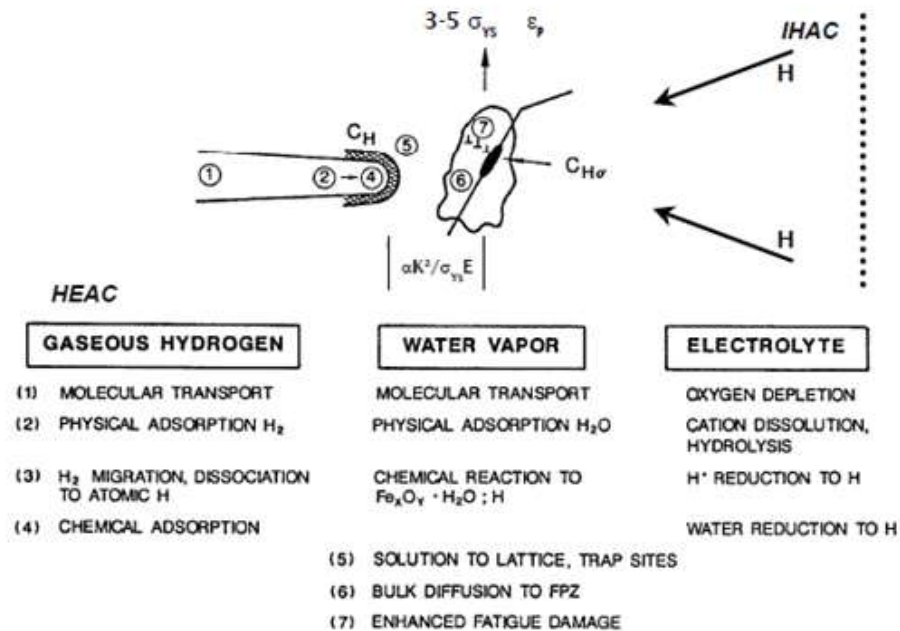
El hidrógeno aparecerá como un elemento de la reacción en soluciones alcalinas y neutras.

#### *Mecanismos de fragilización por hidrógeno*

Los mecanismos por los que el hidrógeno daña los aceros de media y alta resistencia son:

- IHAC (Internal Hydrogen Assisted Cracking): Fragilización interna asistida por hidrógeno. En el agrietamiento, el hidrógeno atómico se puede introducir dentro de la microestructura por acciones de fabricación, como soldaduras o fundiciones, y/o por la exposición al medio ambiente.[3]
- HEAC (Hydrogen Environmental Assisted Cracking): Fragilización por hidrógeno del ambiente. Estos agrietamientos implican acciones conjuntas de cargas mecánicas y reacciones químicas. El hidrógeno atómico se produce en zonas limpias del metal cercanas a la punta de la grieta, seguido por la adsorción del mismo y la posterior fragilización. Al alcanzarse la deformación crítica en algún

elemento de la zona plástica, modificada por el efecto del hidrógeno, de la microestructura, es cuando se propaga la grieta.



**Figura 2.1.** Procesos que suministran hidrógeno a la grieta en cualquiera de los mecanismos de fragilización por hidrógeno.

Como se ha comentado, en los aceros de alta resistencia, los procesos debidos a la acción del hidrógeno tienen lugar en la punta de la grieta. Tanto IHAC como HEAC comparten aspectos comunes, exceptuando la fuente del hidrógeno suministrada a la punta de la grieta y la zona de proceso de fractura. Las similitudes entre ambos procesos son:

- Características comunes para metales de alta resistencia.
- Se producen daños subcríticos para niveles de factor de intensidad de tensiones muy por debajo de  $K_{IC}$ .
- Propagan por caminos de grietas microscópicas similares; intergranulares, interfaciales, o a lo largo de planos cristalográficamente definidos a través de los granos.
- Se ven afectados de manera similar por variables como:
  - El nivel aplicado de  $K$ .
  - La velocidad de carga ( $dK/dt$ ).
  - La resistencia a tracción.

- La composición de las impurezas del borde de grano.
- La temperatura.
- La concentración de hidrógeno en la zona de fractura.
- Los fuertes gradientes de concentración de hidrógeno y la tensión sobre la punta de la grieta gobiernan el crecimiento de esta.

## 2.2 El ensayo Small Punch

### 2.2.1 Historia

La primera muestra del ensayo Small Punch es de 1981, que se usó en el MIT, Massachusetts Institute of Technology, para ensayar materiales metálicos bajo irradiación neutrónica, principalmente para el uso en la industria nuclear. La idea principal de Manahan, Argon y Harling [4] era minimizar la emisión de radiación de las probetas a ensayar reduciendo el tamaño de estas, no solo consiguieron reducir la radiación emitida, sino que, además, consiguieron reducir los costes del ensayo.

El ensayo Small Punch se ha desarrollado para muchos otros campos en los últimos años, campos diferentes del original, principalmente orientados a la obtención de propiedades de tracción, fluencia y fractura en metales. Igualmente, se ha utilizado para caracterizar los procesos de fragilización por irradiación, temperatura y corrosión bajo tensión y fragilización por hidrógeno. El desarrollo de esta técnica de ensayo está teniendo un nivel de importancia mundial considerable, dado el número de publicaciones, contando incluso con normativas y códigos de buenas prácticas.

El gran interés de estos ensayos se basa en la facilidad de estimar las propiedades mecánicas de materiales metálicos con cantidades muy pequeñas de material, dadas sus dimensiones y su simple entalla, llegando en algunas ocasiones a ser de las únicas alternativas viables a las estimaciones indirectas. Algunas de las aplicaciones de este ensayo son:

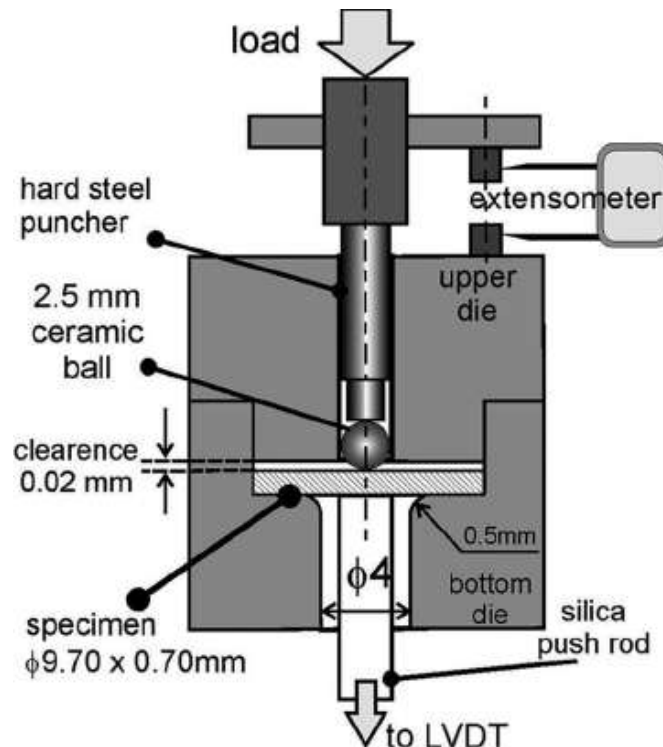
- Estimación mecánica de materiales irradiados, dadas las pequeñas dimensiones de las probetas, las exposiciones a la radiación son menores para el personal y la maquinaria.
- Caracterización de zonas singulares o locales de componentes como cordones de soldadura.
- Evaluación de las propiedades mecánicas de materiales de componentes ya en servicio o de estructuras singulares o de valor histórico o artístico.
- Reensayos de probetas.
- Evaluación de materiales de láminas finas o de capas de recubrimiento, donde no es posible la obtención de probetas normalizadas de mayor tamaño.
- Cualquier caso donde el material a ensayar sea escaso o sea complicado de obtener para probetas normalizadas.

No obstante, a pesar de el gran desarrollo de esta técnica de ensayo durante las últimas décadas, en Europa, el único documento que regula su uso es el código de buenas prácticas CWA 1527 [5]. Este código abarca gran parte de todos los aspectos para la estimación de las propiedades de fractura, fluencia y tracción. Igualmente, y como cabría pensar, se prevé una próxima publicación de una normativa europea que fije las metodologías a seguir en los ensayos, así como para la determinación de los parámetros de fractura, fluencia y tracción. Sin embargo, no se esperan especificaciones para el uso de la técnica de Small Punch en ambientes agresivos como la corrosión bajo tensión o la fragilización por hidrógeno, ya que por ahora no se encuentran documentos de ayuda suficientes, dado que hablamos de una técnica muy reciente y sin metodologías suficientemente desarrolladas.

En este capítulo, hablaremos del estado del arte en lo referente a la técnica del Small Punch. Primero describiremos la metodología del ensayo, las probetas que se emplean y los resultados que se obtienen. Posteriormente, se repasarán las principales técnicas de estimación de las propiedades en fluencia, fractura y tracción. Tras lo cual, trataremos la fragilización por hidrogeno y su estudio.

### 2.2.2 Dispositivo experimental

El ensayo de Small Punch consiste en el punzonar una probeta metálica de pequeño espesor y área, deformándola hasta su rotura, registrando el desplazamiento del punzón y la carga aplicada en cada instante. Este ensayo se asemeja mucho a los ensayos utilizados para medir la ductilidad en materiales metálicos de pequeños espesores.



**Figura 2.2.** Esquema del dispositivo usado para los ensayos Small Punch.

El dispositivo utilizado, según la Figura 1.2 consta de dos matrices rígidas, donde se empotra la probeta a ensayar, constando ambas de un agujero central. El agujero de la matriz superior sirve de guía para el punzón, el inferior, para facilitar la deformación de la probeta. Toda la matriz ha de ser de una dureza suficiente para que su geometría no se altere durante el ensayo, siendo la recomendación valores no inferiores a 55HRC.

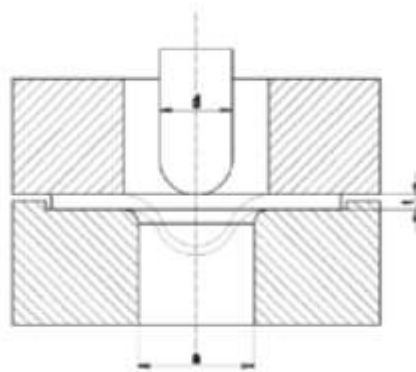
En cuanto a las dimensiones, según el código de buenas prácticas [6], se recomienda el empleo de punzones de 2.50 mm de diámetro y matrices con la perforación inferior de 3.8 – 4.00 mm de diámetro. Aspecto muy a tener en cuenta, ya que el tamaño del punzón



afecta al área con la que se aplican las cargas y el diámetro de la perforación inferior regula la zona del proceso del ensayo, que influirá en los resultados obtenidos.

Las dimensiones a emplear son:

- Punzón con 1.00 mm de diámetro y perforación inferior con 1.50 mm de diámetro
- Punzón con 2.40-2.5 mm de diámetro y perforación inferior de 3.8-4.00 mm de diámetro



*Figura 2.3. Corte transversal del dispositivo de ensayos de Small Punch*

### 2.2.3 Probetas Small Punch

Las probetas usadas para los experimentos son probetas de caras planas de muy pequeño tamaño, que, dependiendo del tipo de ensayo al que se someten, cambia ligeramente su geometría, desde formas en disco hasta cuadradas, pudiendo incluso añadirse en ellas defectos en forma de entallas.

Son las probetas de geometría cuadrada las que nos interesaran para los ensayos que más adelante se mostraran. Son probetas de cuadradas de 10 mm de lado y 0,5 mm de espesor [6].

Para los ensayos que se hacen en ambientes de fragilización por hidrógeno, las probetas

se pueden pre-fragilizar para poder hacer los ensayos al aire. Para evitar la difusión del hidrógeno al exterior de las probetas, cosa que ocurre con rapidez, dadas las pequeñas dimensiones de estas, es recomendable realizar los ensayos con las probetas sumergidas en ambientes fragilizantes, para asegurar unas condiciones estables de difusión de hidrógeno en las probetas.

#### 2.2.4 Procedimiento del ensayo

El procedimiento consiste en una maquina capaz de aplicar una fuerza a través de un punzón centrado en la probeta metálica hasta provocar su deformación y rotura.

El primer paso es la preparación del montaje, para lo que se ha de introducir la probeta entre las dos matrices, en las que ha de encajar a la perfección, para ello, la matriz inferior cuenta con un rebaje del tamaño de la probeta. Lo siguiente sería la colocación del punzón por el orificio de la matriz superior, de tal forma que quede en posición vertical, y sin holguras, para que el punzón aplique la fuerza en el centro exacto de la probeta, evitando así excentricidades que puedan dar lecturas erróneas en el ensayo. Finalmente, quedaría la aplicación de la fuerza sobre la probeta, se recomienda que se aplique de tal forma que la deformación de la probeta sea constante, entre 0,2 y 2,0 mm/min. El ensayo termina cuando la carga registrada ha logrado descender un 20% respecto al valor máximo alcanzado.

Para el caso particular del estudio que se trata en este trabajo, el método de carga es diferente, se propone la carga por escalones, hasta la rotura de la probeta, además de tener la probeta sumergida en un líquido fragilizante durante el ensayo, que previamente se ha prefragilizado para conseguir la saturación de la red microestructural con hidrógeno.

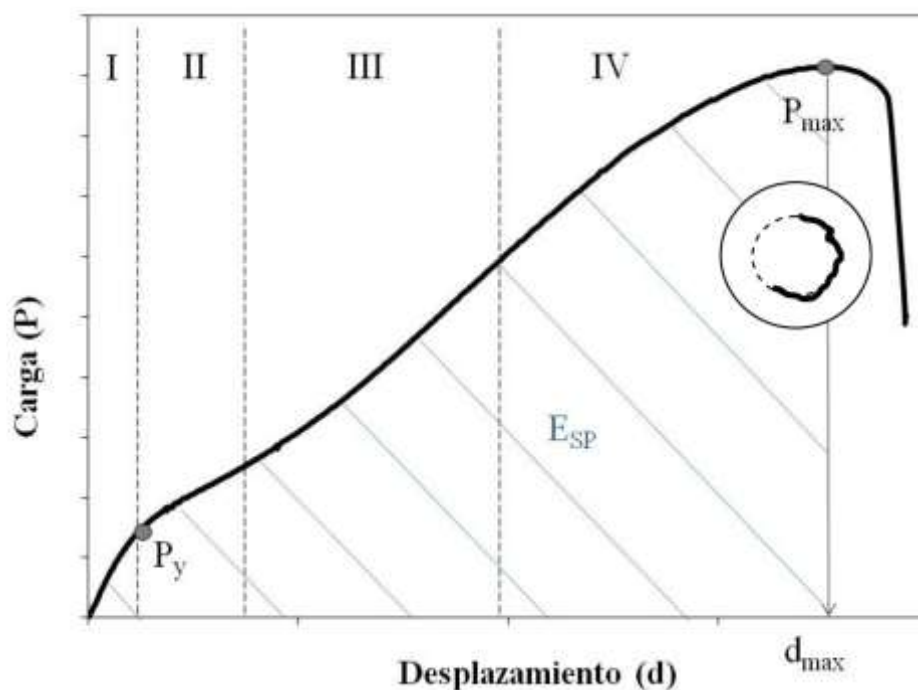
#### 2.2.5 Resultados de los ensayos

En el ensayo de Small Punch, el resultado que se obtiene es la curva Carga-Desplazamiento que se registra durante la prueba. Con la curva del gráfico mencionada podremos calcular los parámetros y propiedades del material ensayado.

Los parámetros que obtendremos son:

- $P_y$ : carga de ensayo que marca el tránsito entre las condiciones elásticas y las plásticas.
- $P_{II-III}$ : carga de tránsito de las condiciones de comportamiento.
- $P_{m\acute{a}x}$ : carga máxima registrada en el ensayo.
- $D_{m\acute{a}x}$ : desplazamiento en el momento de la carga máxima del ensayo.
- $E_{SP}$ : Energía hasta carga máxima, calculando el área contenida bajo la curva.

En el caso de un ensayo con un material metálico dúctil en unas condiciones de temperatura ambiental, la curva obtenida en el ensayo presentará una morfología como en la Figura 2.4, donde también se muestra el tipo de rotura característica que presenta la probeta, una fisura sensiblemente circunferencial, alrededor de la zona central.



**Figura 2.4.** Curva característica de un ensayo Small Punch con un material dúctil.

En la Figura 2.4 podemos observar y distinguir varias zonas de comportamiento [4,7]:

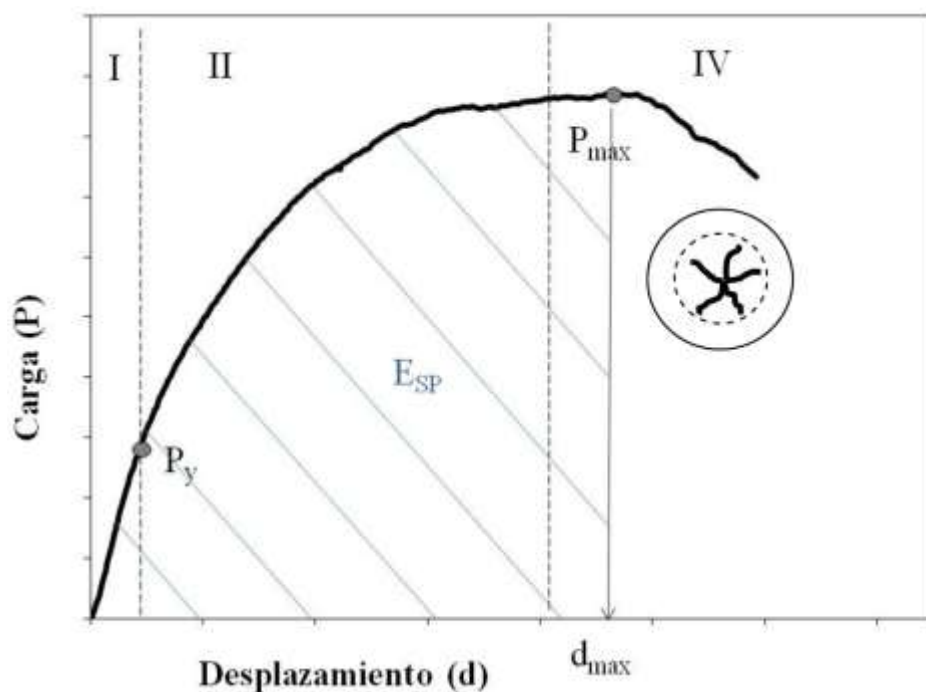
Zona I: (*Elastic Blending*) región de comportamiento puramente elástico debido a la flexión de la probeta.

Zona II: (*Plastic blending*) región donde comienzan a aparecer deformaciones plásticas.

Zona III: (*Membrane stretching*) el adelgazamiento y el elevado grado de la probeta hacen que se comporte como una membrana.

Zona IV: se produce una inestabilidad plástica, que, tras un adelgazamiento localizado en una región anular, conduce a la rotura de la probeta.

En el caso de un ensayo con un material frágil, o que se comporte como tal, debido a condiciones de bajas temperaturas o altos niveles de radiaciones neutrónicas, la curva que obtenemos del ensayo será como la mostrada en la Figura 2.5, donde podemos ver el tipo de rotura característica que presentan las probetas, fisuras en forma de estrella que emanan del centro de la muestra.



**Figura 2.5.** Curva característica de un ensayo Small Punch con un material frágil.

En la curva de la Figura 2.5 podemos ver como no existe la zona III, que corresponde a un comportamiento de membrana de la probeta. Por ello en estos casos  $P_{m\acute{a}x} = P_{II-III}$ .

El ensayo Small Punch permite conocer qué tipo de material estamos ensayando a la vista de la morfología de la curva que presenta.

## 2.2.6 Determinación de las propiedades empíricas de tracción mediante ensayos Small Punch

## 2.2.7 Correlaciones empíricas entre las propiedades de tracción y los resultados del ensayo Small Punch

Las expresiones empíricas para la determinación de las propiedades de tracción a partir de los datos obtenidos en los ensayos Small Punch son las ecuaciones propuestas por Mao [8]:

$$S_y = 360 \cdot P_y / t_0^2 \quad (2.1.)$$

$$S_u = 130 \cdot P_{m\acute{a}x} / t_0^2 - 320 \quad (2.2.)$$

Siendo:

$S_y$ : límite elástico del material.

$P_y$ : carga de tránsito entre el comportamiento elástico y plástico (KN).

$t_0$ : espesor inicial de la probeta (mm).

$S_u$ : resistencia a tracción del material.

$P_{m\acute{a}x}$ : carga máxima.

Como la práctica totalidad de las correlaciones empíricas entre los resultados del ensayo Small Punch y las propiedades de tracción de materiales metálicos, las expresiones propuestas por Mao asumen que existe una relación clara entre el valor de la carga de tránsito entre el comportamiento elástico y el plástico, el límite del material, el espesor inicial de la probeta, la resistencia a tracción del material y la carga máxima.

Una correlación empírica, descubierta en los últimos tiempos, que presenta resultados bastante satisfactorios es la desarrollada por Roberto Lacalle [9][10], que se refleja en las ecuaciones 2.3. y 2.4.

$$S_y = 5.75 \cdot P_y \quad (2.3.)$$

$$S_u = 0.74 \cdot P_{II-III} + 0.17 \cdot P_{m\acute{a}x} \quad (2.4.)$$

En los casos de rotura frágil donde no exista comportamiento de membrana, y por ello  $P_{m\acute{a}x} = P_{II-III}$  se presenta en la ecuación 2.5.

$$S_u = 0.91 \cdot P_{m\acute{a}x} \quad (2.5.)$$

## 2.2.8 Aproximaciones analíticas para la determinación de las propiedades de tracción a partir de ensayos Small Punch

Según la teoría de elástica de placas, la tensión máxima en cualquier placa circular empotrada en todo su contorno se encuentra justo en el centro de ella, en su parte inferior, y para calcular su valor se utiliza la ecuación 2.6. [11]:

$$\sigma = \frac{3 \cdot P}{2\pi \cdot t_0^2} \quad (2.6.)$$

Siendo:

$\sigma$ : tensión en la placa circular.

P: carga vertical centrada que actúa sobre la placa.

$t_0$ : espesor inicial de la placa.

## 2.2.9 Determinación de las propiedades de tracción mediante herramientas numéricas

Este tipo de metodologías permite la estimación de las propiedades a tracción basándose en simulaciones numéricas de materiales metálicos.

Los pasos a seguir son:

- Simulación de gran cantidad de ensayos Small Punch mediante elementos finitos con variaciones de las propiedades mecánicas de los elementos empleados.
- Realización de ensayos Small Punch para el material a analizar con el fin de determinar la curva característica.
- Comparación de ambas curvas, empleando herramientas matemáticas.

### 2.3 Norma ASTM F-1624

La primera versión de esta norma, para realizar ensayos a tracción en ambientes corrosivos mediante cargas en escalones data del año 2012 [1], con el objetivo de obtener la tensión umbral en un tiempo de ensayo mucho menor del convencional.

Al tratarse de una metodología relativamente nueva, no existen tantos estudio y trabajos comparada con otras técnicas con mayor recorrido histórico.

Lo que se busca en este método es la carga donde se inician los crecimientos de grietas subcríticos, aplicando incrementos de escalones de cargas iguales cada cierto tiempo, hasta la rotura de la probeta.

El primer paso, es la obtención de la carga de rotura del material según el ensayo de tracción al aire según la norma ASTM E8 [12], el cual se utilizará como valor máximo para iterar las secuencias de escalones de carga que se llevarán a cabo para el ensayo en ambiente.

Conociendo la carga de rotura, basta con dividir el valor entre 20, que serán los 20 escalones que se usarán en el ensayo, que corresponden a un 5% de la carga de rotura.

El tiempo de duración de cada escalón varía en función de las propiedades mecánicas del material, como puede observarse en la tabla 2.1. Cuando se produce la rotura de la probeta, se obtiene una carga umbral, que será el valor máximo desde donde iteraremos las secuencias de escalones del siguiente ensayo.

Dureza (HDR)	Escalones	Carga (%P <sub>máx</sub> )	Tiempo (h)	Protocolo de escalones
33 a <45	1 a 10	5	2	(10/5/2.4)
	11 a 20	5	4	
>45 a 54	1 a 10	5	1	(10/5/1.2)
	11 a 20	5	2	
>54	1 a 20	5	1	(20/5/1)

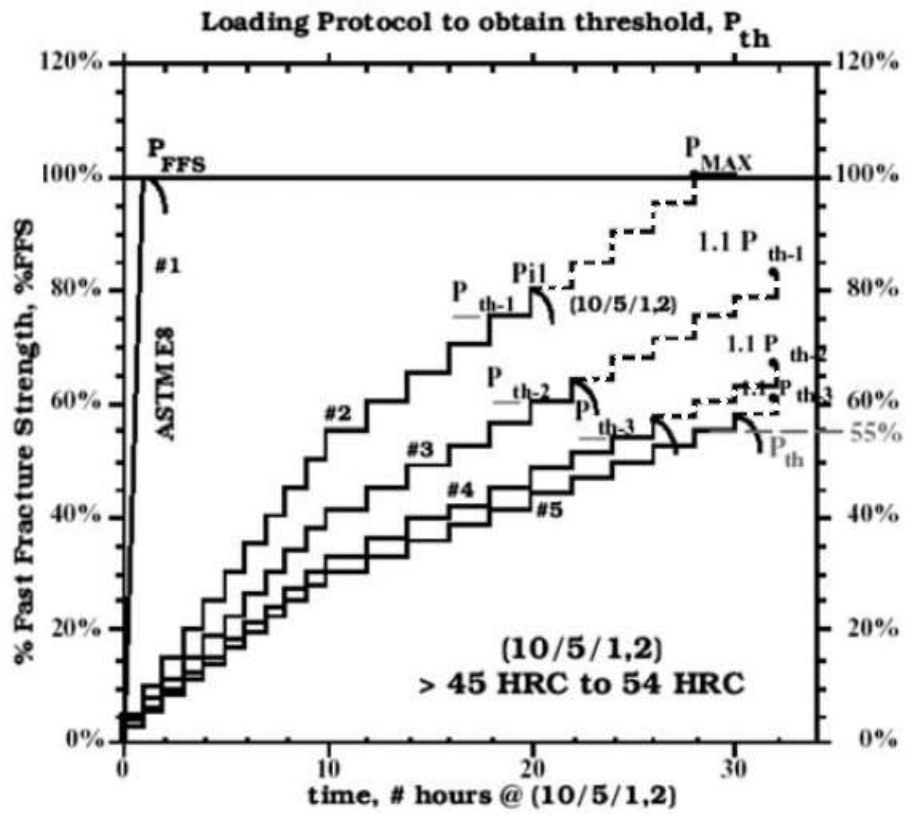
**Tabla 2.1.** Perfil de escalones de carga en función de la dureza del material.

Para el segundo ensayo, se utiliza como carga máxima la carga de rotura obtenida en el ensayo anterior, aumentada un 10%, esto es,  $P_{máx2}=1,1 \cdot P_{th1}$ .

Esta secuencia se repetirá hasta que las cargas umbral de dos ensayos consecutivos sea inferior al 5%, definiendo la carga umbral en el entorno  $P_{th}$  como la obtenida en el último de los ensayos, tal y como se muestra esquematizado en la Figura 2.6.

Según la norma, deben realizarse al menos tres ensayos, por lo que, si los dos primeros ya convergen por debajo del 5% de dispersión, deberá realizarse de igual modo un tercer ensayo.





*Figura 2.6. Ejemplo del método para obtener la carga umbral  $P_{th}$ , en aceros entre 45 y 54 HRC*

## 3. MATERIALES Y MÉTODOS

### 3.1 Introducción

En el siguiente capítulo se hablará de los materiales empleados en el trabajo. Además, se hablará de los equipos diseñados para los ensayos Small Punch, las técnicas de fragilización por hidrogeno y las metodologías experimentales usada.

### 3.2 Materiales

#### 3.2.2 Presentación

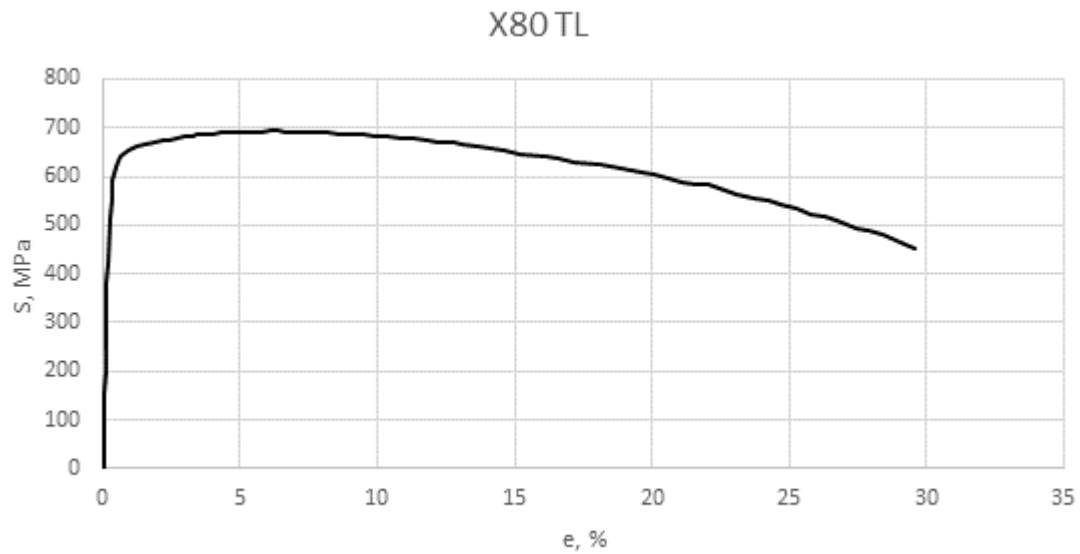
Para el desarrollo del trabajo se han elegido dos aceros, el acero X80 de alta resistencia, y el acero S420 de resistencia media.

#### 3.2.3 Acero X80

Este acero, especificado según la normativa API, posee altas propiedades mecánicas y se utiliza habitualmente para trabajos a bajas temperaturas. Presenta una microestructura de tipo ferrítico-perlítica y su aplicación se centra en la construcción de tuberías para el transporte de gas y petróleo. Ha sido obtenido mediante laminación controlada de una chapa de tubería de 56" de diámetro y 26mm de espesor.

#### *Propiedades mecánicas*

Las propiedades del acero X80 fueron obtenidas mediante un ensayo de tracción según la normativa ASTM E8 [13]. La Figura 3.1 muestra la curva tensión-deformación en variables ingenieriles del acero X80. Los valores del límite elástico,  $S_y$ , resistencia a tracción,  $S_u$ , módulo de Young,  $E$ , y los parámetros  $n$  y  $\alpha$  de Ramberg-Osgood aparecen detallados en la Tabla 3.1.



**Figura 3.1.** Resultado del ensayo de tracción del acero X80.

<b>X80</b>	
$S_y$ (MPa)	621,3
$S_u$ (MPa)	692,9
$E$ (GPa)	209,93
$\epsilon_0$	0,0029597
$n$	28,51
$\alpha$	0,63
<b>Dureza (HRC)</b>	33

**Tabla 3.1.** Características mecánicas de los aceros X80.

### Composición química

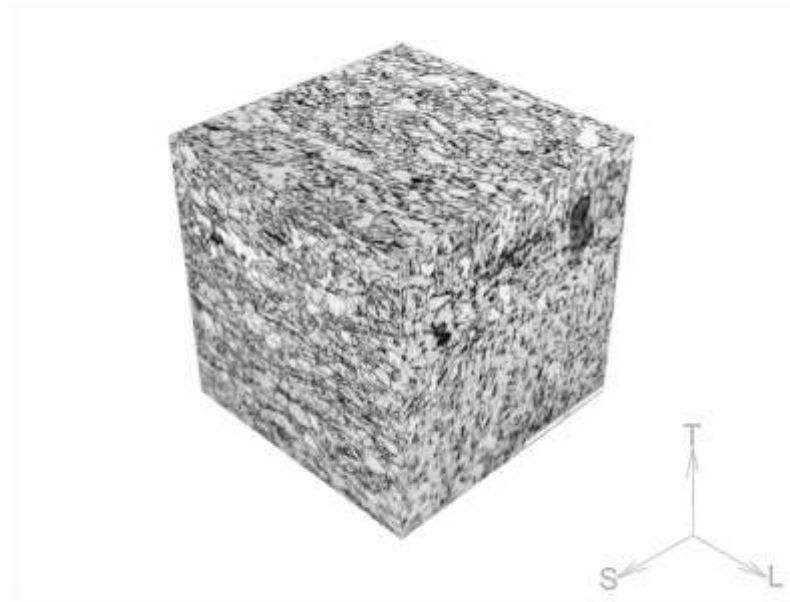
La composición química del acero X80 es la que se muestra en la tabla 3.2

X80	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Mn</i>	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Mo</i>	<i>Cu</i>
	0,07	0,18	<0,005	<0,005	1,83	0,03	-	0,15	0,02
	<i>Sn</i>	<i>Al</i>	<i>V</i>	<i>Ti</i>	<i>Co</i>	<i>Nb</i>	<i>B</i>	<i>N</i>	<i>C<sub>eq</sub></i>
	-	0,03	0	0	-	0,03	-	<0,005	0,408

**Tabla 3.2.** Composición química del acero X80. Resultados en % peso.

### *Microestructura*

La Figura 3.1 presenta la microestructura del acero X80 de alta resistencia. La imagen presenta la microestructura según los tres planos coordenados principales, definidos por la dirección del laminado (L) y sus direcciones perpendiculares radiales (T y S).



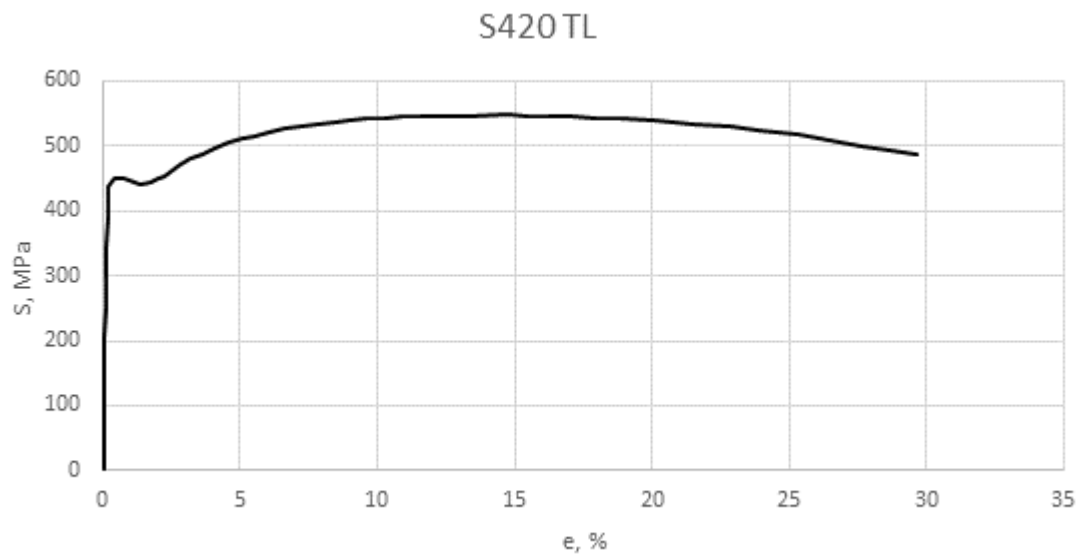
***Figura 3.2. Microestructura correspondiente al acero X80***

#### **3.2.4 Acero S420**

El acero S420, especificado por la normativa Europea EN 10225 [14], presenta propiedades mecánicas de nivel medio. Es un acero estructural cuya microestructura es del tipo ferrítico-perlítica. Su principal aplicación es la construcción de vasijas a presión y estructuras offshore.

### Propiedades mecánicas

Las propiedades del acero S420 fueron obtenidas mediante un ensayo de tracción según la normativa ASTM E8 [13]. La Figura 3.3 muestra la curva tensión-deformación en variables ingenieriles del acero S420. Los valores del límite elástico,  $S_y$ , resistencia a tracción,  $S_u$ , módulo de Young,  $E$ , y los parámetros  $n$  y  $\alpha$  de Ramberg-Osgood aparecen detallados en la Tabla 3.3.



**Figura 3.3.** Resultado del ensayo de tracción del acero S420.

S420	
$S_y$ (MPa)	447,7
$S_u$ (MPa)	547,1
$E$ (GPa)	206,41
$\epsilon_0$	0,0021689
$n$	13,76
$\alpha$	3,14
Dureza (HRC)	35

**Tabla 3.3.** Características mecánicas de los aceros S420.

### Composición química

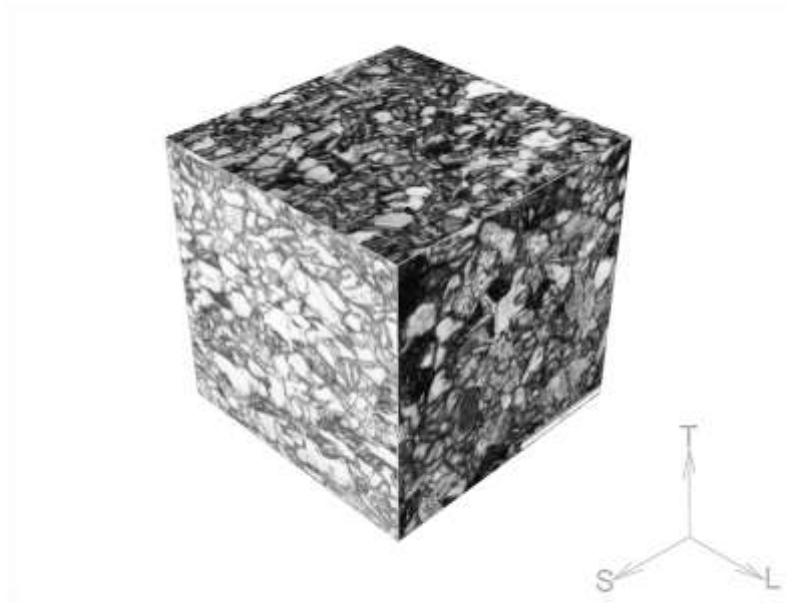
La composición química del acero S420 es la que se muestra en la tabla 3.4

S420	C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu
	0,08	0,28	0,001	0,012	1,44	0,03	0,02	0,003	0,015
	Sn	Al	V	Ti	Co	Nb	B	N	C <sub>eq</sub>
	-	0,036	0,005	0,015	-	0,031	-	0,004	0,329

**Tabla 3.4.** Composición química del acero S420. Resultados en % peso.

### Microestructura

La Figura 3.4 presenta la microestructura del acero S420 de media resistencia. La imagen presenta la microestructura según los tres planos coordenados principales, definidos por la dirección del laminado (L) y sus direcciones perpendiculares radiales (T y S).



**Figura 3.4.** Microestructura correspondiente al acero S420.

### 3.3 Ambientes fragilizantes

Como anteriormente se comentó, estos aceros pueden sufrir efectos del medio ambiente cuando trabajan en condiciones offshore y en combinación con sistemas de protección catódica o en presencia de sulfuro de hidrogeno en el ambiente, como por ejemplo en tuberías destinadas al transporte de gas, que producen un fenómeno de fisuración inducida por el ambiente y fragilización por hidrogeno que propicia la degradación del acero y su posterior colapso.

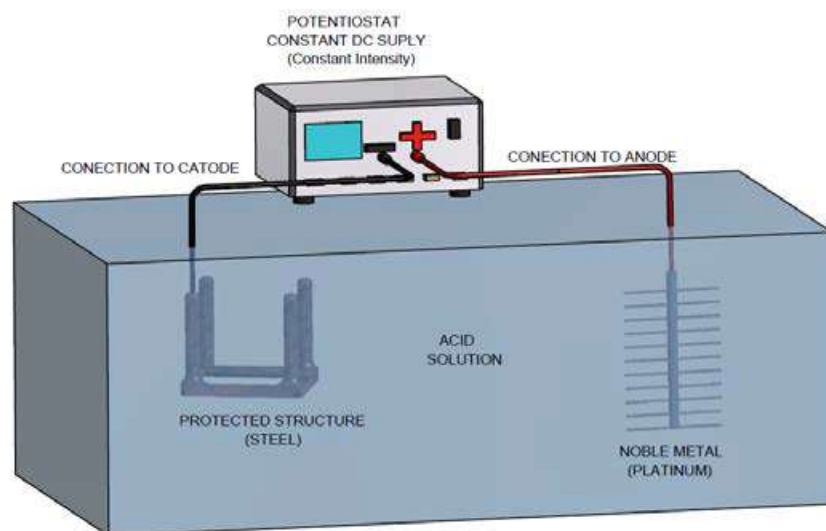
Es por ese motivo que simularemos esas condiciones de contenido en hidrogeno. Para lograrlo recurriremos a la polarización catódica de las muestras que deseamos ensayar, con el fin de que absorban un alto contenido en hidrogeno y acerar así el proceso corrosivo. En función de la intensidad de corriente que apliquemos a las muestras obtendremos mayores o menores niveles de agresividad sobre el acero.

La muestra que usaremos para el ensayo hará las veces de electrodo, una malla de platino de contraelectrodo, que se emplea por las propiedades que tiene de resistencia a la corrosión y un electrodo de referencia.

Para el estudio de este trabajo, se definen tres niveles de intensidad de corriente: 1, 5 y 10 mA/mm<sup>2</sup>. La solución del electrolito ácido que se emplea es la siguiente:

- Agua destilada (H<sub>2</sub>O).
- 0.5 mol ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) por cada litro de agua destilada.
- 10mg trióxido de arsénico (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) por cada litro de disolución preparado.
- 10 gotas de Cs<sub>2</sub> por cada litro de disolución.

Es necesario asegurar que las probetas absorban el mayor nivel de hidrogeno posible para lograr potenciar los mecanismos de fragilización por hidrogeno. Para conseguirlo, se ha de polarizar la probeta, haciendo que absorba los átomos de hidrogeno, con un mínimo de 4 horas, y para evitar los efectos adversos que puede producir tener las probetas sumergidas en el electrolito ácido durante tanto tiempo, como por ejemplo la concentración de depósitos de hidrogeno provocados por burbujas, es necesario recircular la solución continuamente.

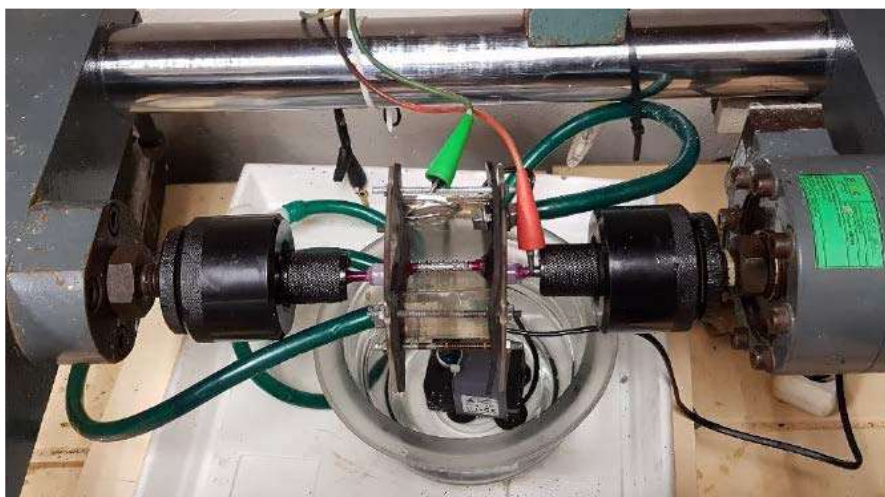


**Figura 3.5.** Esquema del potencióstat y el sistema de polarización catódica.

### 3.4 Métodos

#### 3.4.1 Ensayos de tracción por escalones según la norma ASTM F1624

Con el objetivo de descubrir la tensión umbral ( $\sigma_{th}$ ) y la carga umbral ( $P_{th}$ ) en los aceros X80 y S420, se utilizó la metodología de la norma ASTM F1624 como se explicó en el capítulo 2.3. de este trabajo, usándose unas probetas cilíndricas como indica la misma.



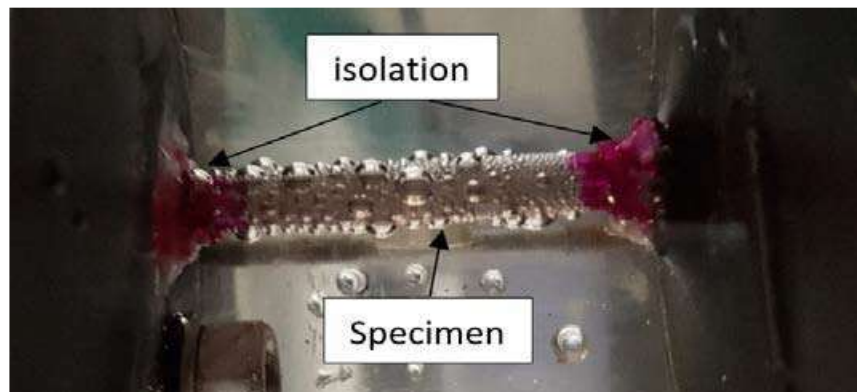
**Figura 3.6.** Detalle del montaje para la realización de ensayos según ASTM F1624 [15]

Las probetas utilizadas para este fin son de geometría circular con 6mm de diámetro y orientación TL.

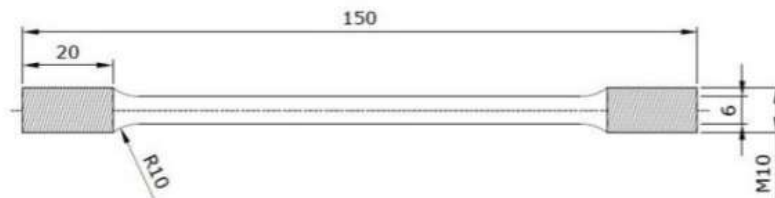


El acero X80 tiene una dureza de 33 HCR y el S240 de 35 HCR, por lo que, tras aplicarse la norma ASTM F1624, les corresponden ensayos de 20 escalones, siendo los 10 primeros de 2 horas de duración cada uno, y los 10 últimos de 4 horas, según el código 10/5/2.4.

Para asegurar una completa absorción de hidrógeno, las probetas se someten a un periodo de 24 horas, suficiente para usarse en los ensayos [16].



**Figura 3.7.** Detalle de la generación de hidrógeno en un ensayo según ASTM F1624 [15]



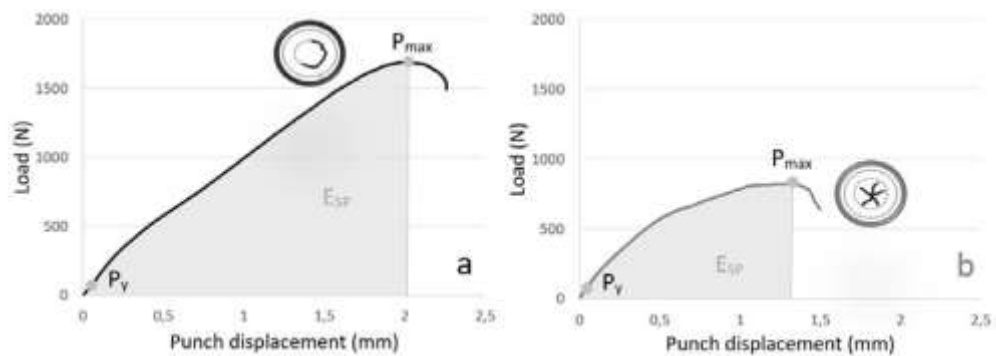
**Figura 3.8.** Geometría empleada en los ensayos según ASTM F1624 [15]

### 3.4.2 Adaptación del ASTM F1624 a Small Punch

En este capítulo, se detalla como se adapta a los ensayos Small Punch la metodología de escalones de caga según la norma ASTM F1624, donde se intenta ajustar al máximo la

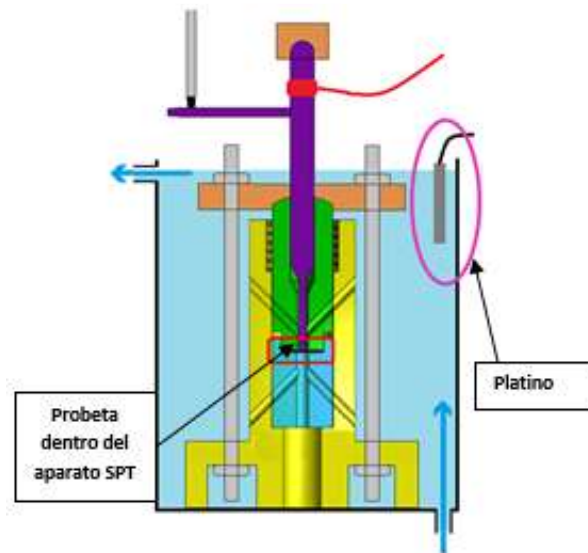
operativa de la norma. Aun así, se establecen una serie de propuestas para modificar la norma, ya que sería necesario para contemplar el ensayo Small Punch dentro de la misma.

- La carga de rotura rápida para los ensayos Small Punch se define como la carga máxima ( $P_{\text{máx}}$ ) alcanzada durante un ensayo Small Punch al aire según el borrador de la norma europea a una velocidad de punzón de 0.01 mm/s. La carga de transición del régimen elástico a plástico, ( $P_y$ ) se obtiene de la figura 3.9.



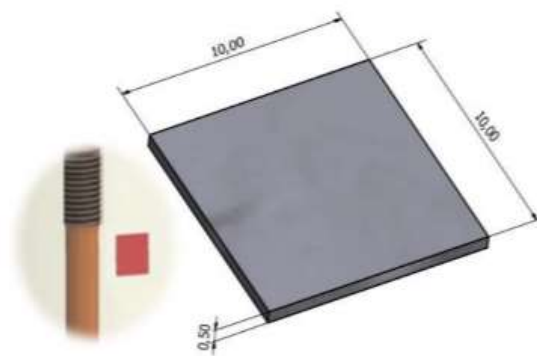
*Figura 3.9. Obtención de  $P_y$*

- Los tiempos de duración de los escalones de carga se reducen notablemente respecto a la norma ASTM F1624, considerando las pequeñas dimensiones de las probetas y las condiciones de difusión del hidrogeno, se establecen los tiempos de duración en seis veces menores. De esta forma, para los aceros que se estudian en este trabajo, con su protocolo de escalones 10/5/2.4 dado por su dureza, usaremos unos tiempos de 20 minutos en los 10 primeros escalones y 40 minutos en los 10 siguientes.
- El tiempo de absorción del hidrogeno en las muestras, por las mismas circunstancias que se comentas en el punto anterior, se fija en 2 horas.



**Figura 3.10.** Detalle del montaje del dispositivo para ensayo de la propuesta Small Punch por escalones.

Las probetas que se utilizan en los ensayos se logran mediante corte y pulido de las mismas, de cada acero que se quiera utilizar. La geometría buscada es de 10x10 mm y un espesor de 0.5 mm, con un error admisible de 0.01 mm como se observa en la figura 3.10 [17].



**Figura 3.11.** Dimensiones de una probeta Small Punch y comparación con una probeta de tracción ASTM F1624 [18].

### Dispositivo empleado

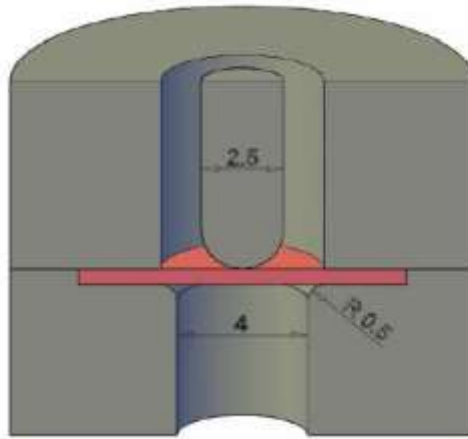
Además de lo explicado en el capítulo 2.2.2, el dispositivo empleado para los ensayos de este trabajo costa de las siguientes partes:

Soporte rígido, donde se montan los utillajes necesarios para el ensayo, cuenta en la parte superior con un cilindro donde se encajan las pesas para los procesos de carga de cada escalón, su porte inferior está roscada, para que, de esta manera, mediante una manivela, se pueda hacer la carga en el aire, y la descarga se haga de forma uniforme y evitando excentricidades por posibles movimientos, ya que la carga y descarga, en todo momento es manual, como se ve en la figura 3.11.

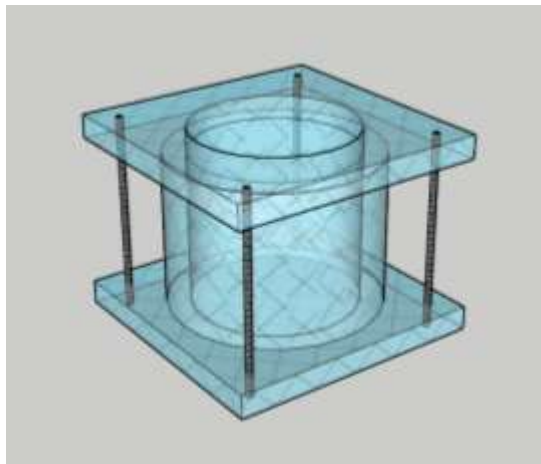
La urna que contiene la solución acida, de un metacrilato resistente a la corrosión, se utiliza para hacer el ensayo y mantener las condiciones de fragilización fijadas para el mismo, como ya se comentó en capítulos anteriores. Cuenta con dos orificios, uno en la parte superior y otro en la inferior, para poder recircular la solución de forma constante durante el tiempo que dure en ensayo, como se observa en la figura 3.13.



*Figura 3.12. Soporte del utillaje.*



**Figura 3.13.** Detalle de las dimensiones de los útiles y el punzón del ensayo Small Punch.



**Figura 3.14.** Urna contenedora de la solución de metacrilato

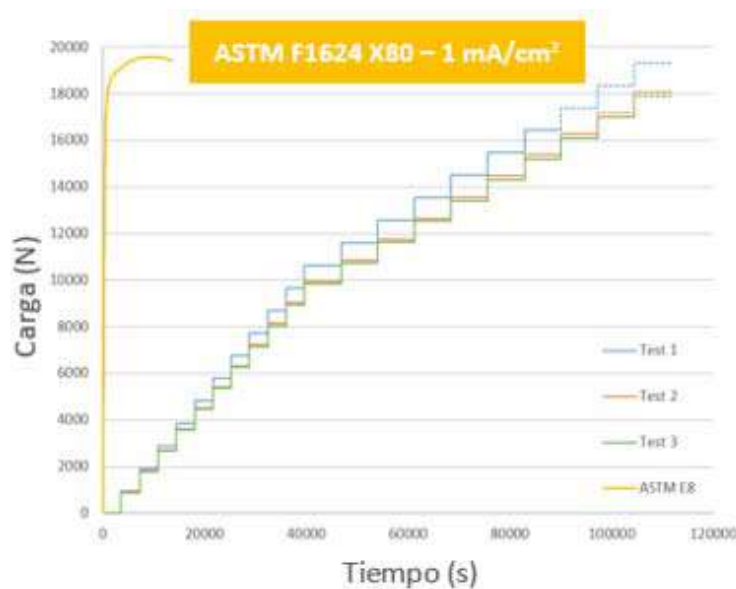
## 4. RESULTADOS

### 4.1 Resultados experimentales

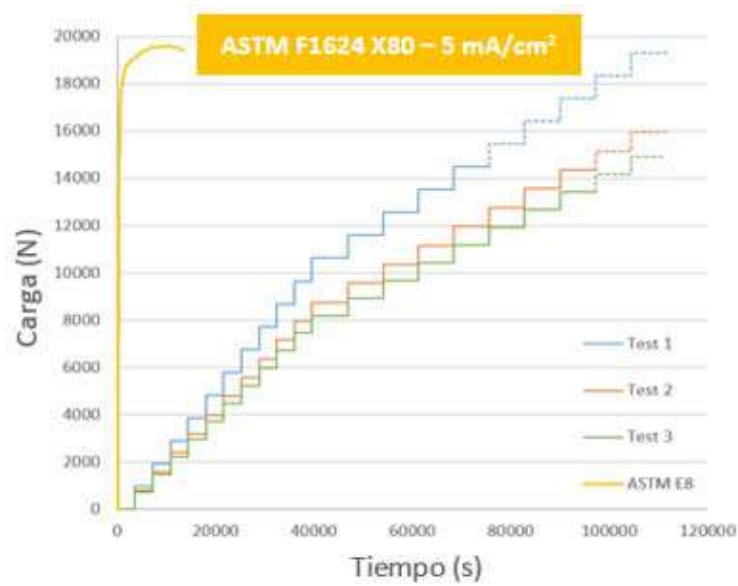
#### 4.1.2 Resultados experimentales según ASTM F1624

A continuación, se muestran los ensayos de tracción por escalones según la norma ASTM F1624 y sus resultados, tal y como se describieron en el capítulo 3.4.1. En cada una de las graficas presentadas se muestra representado un ensayo al aire según ASTM E8, junto con los ensayos en ambiente, los cuales se representan con líneas continuas hasta el momento de la rotura de la probeta, tras lo cual, quedan representadas con líneas discontinuas, esa parte del ensayo, como cabe esperar nunca ocurre, pero quedan así representados los 20 escalones.

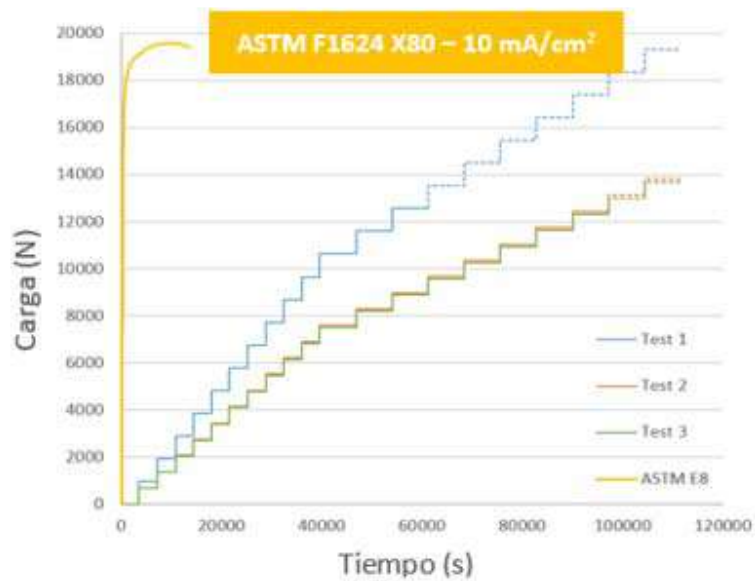
#### *ASTM F1624 en el acero X80*



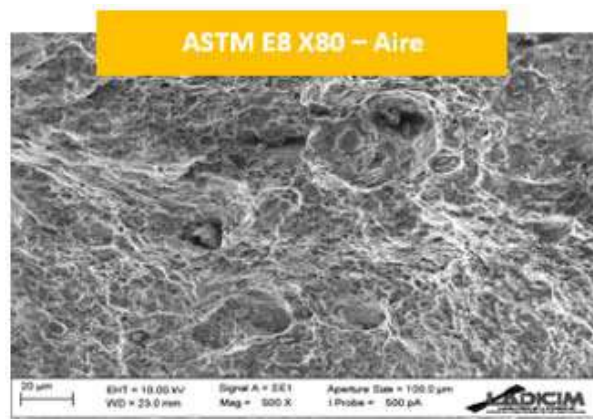
**Figura 4.1.** Grafica carga-tiempo del acero X80 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de  $1 \text{ mA/cm}^2$ .



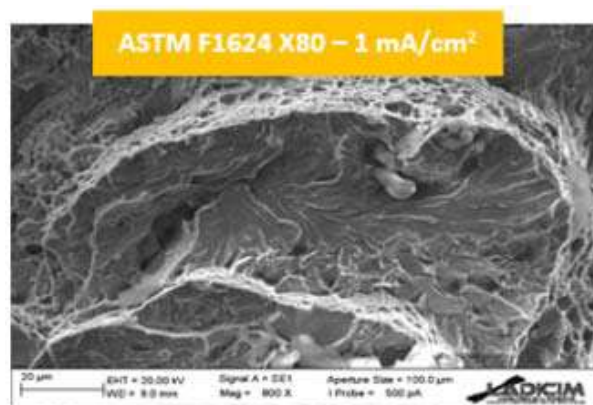
**Figura 4.2.** Grafica carga-tiempo del acero X80 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de  $5 \text{ mA/cm}^2$ .



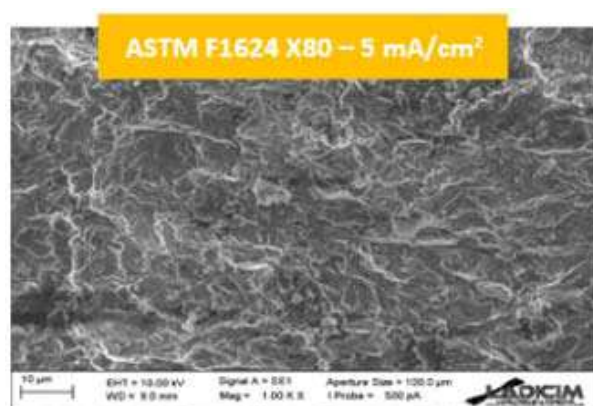
**Figura 4.3.** Grafica carga-tiempo del acero X80 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de  $10 \text{ mA/cm}^2$ .



**Figura 4.4.** Micro fractografía del ensayo ASTM E8 en acero X80 al aire.

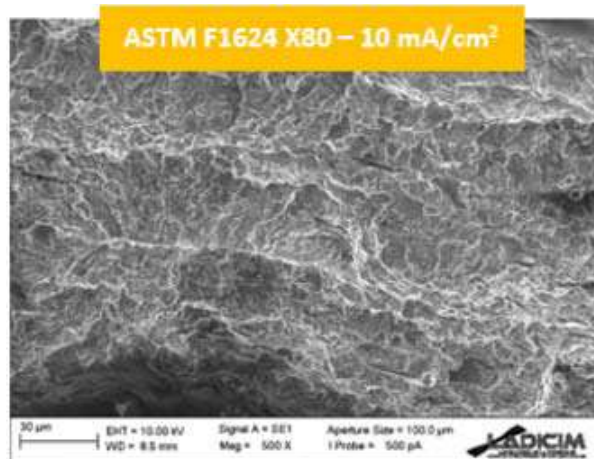


**Figura 4.5.** Micro fractografía del acero X80 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm<sup>2</sup>.



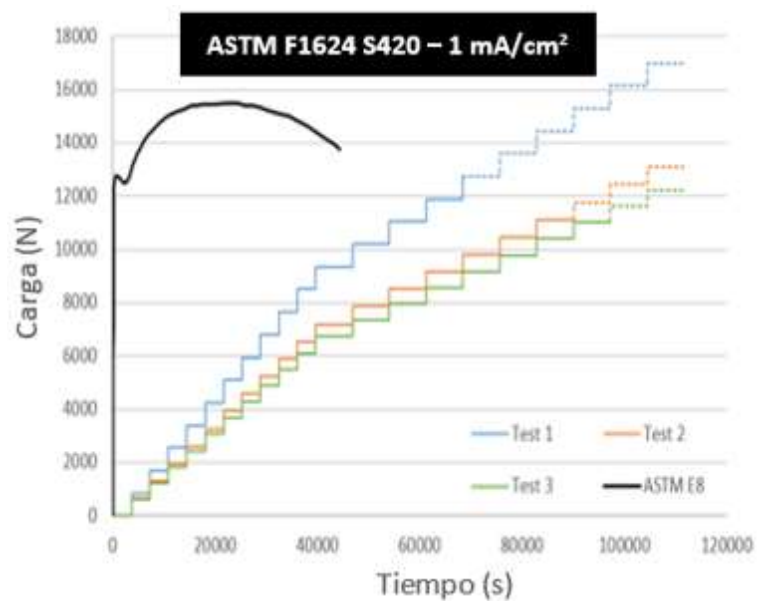
**Figura 4.6.** Micro fractografía del acero X80 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm<sup>2</sup>.



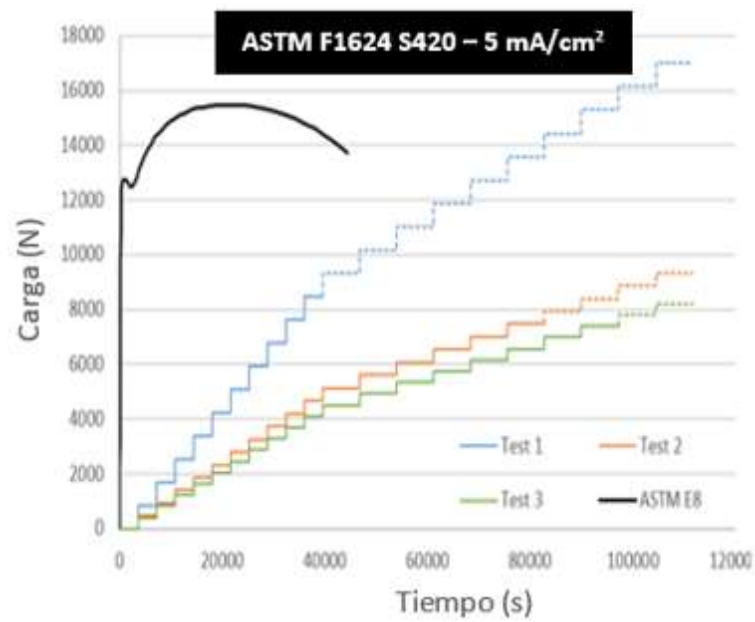


**Figura 4.7.** Micro fractografía del acero X80 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de  $10 \text{ mA/cm}^2$ .

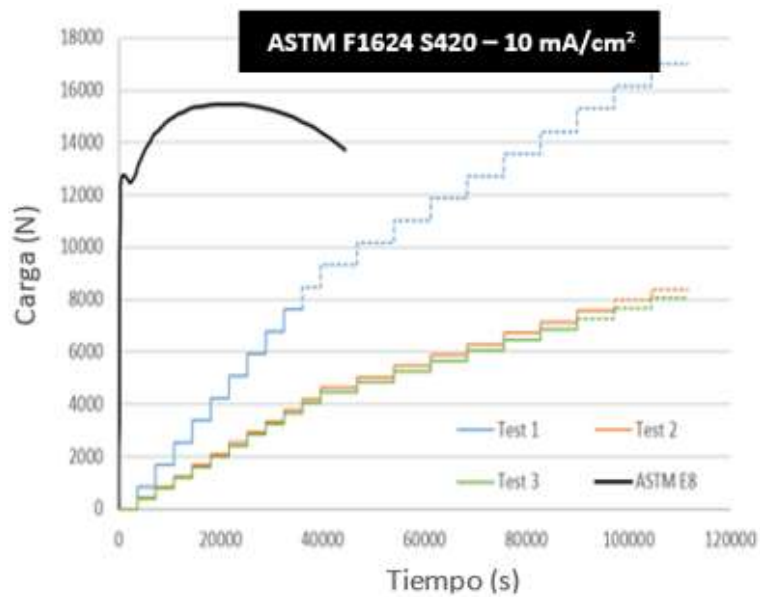
*ASTM F1624 en el acero S240*



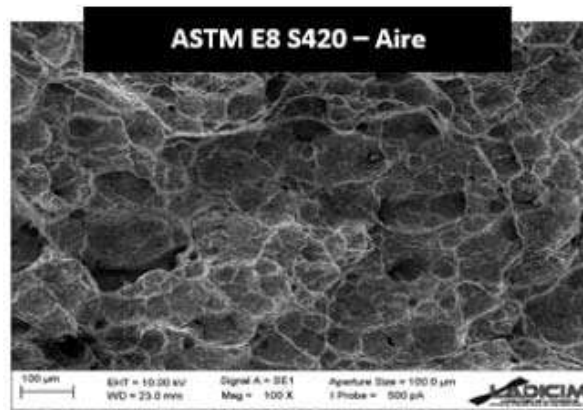
**Figura 4.8.** Gráfica carga-tiempo del acero S240 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de  $1 \text{ mA/cm}^2$ .



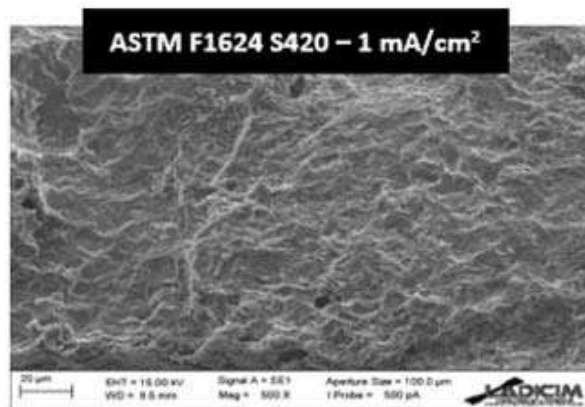
**Figura 4.9.** Gráfica carga-tiempo del acero S240 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm<sup>2</sup>.



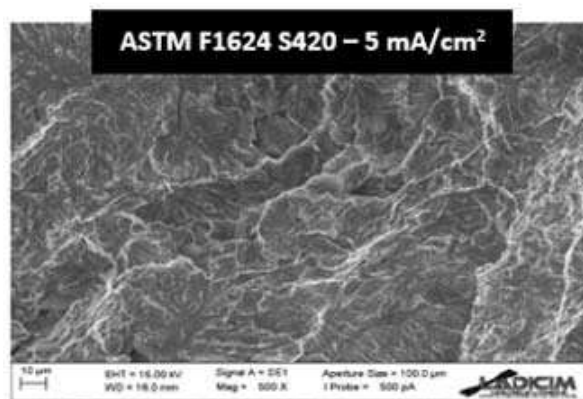
**Figura 4.10.** Gráfica carga-tiempo del acero S240 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm<sup>2</sup>.



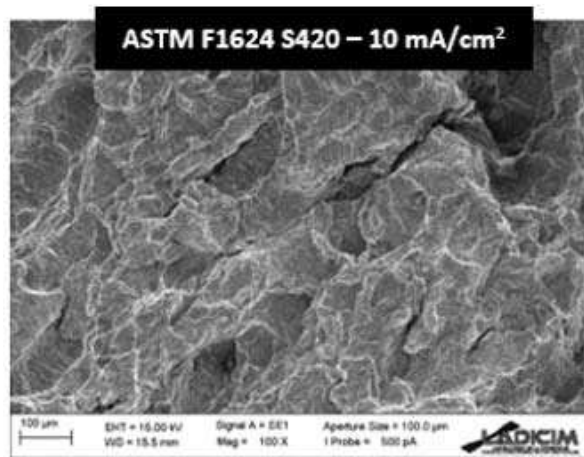
**Figura 4.11.** Micro fractografía del ensayo ASTM E8 en acero S240 al aire.



**Figura 4.12.** Micro fractografía del acero S240 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de  $1 \text{ mA/cm}^2$ .



**Figura 4.13.** Micro fractografía del acero S240 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de  $5 \text{ mA/cm}^2$ .



**Figura 4.14.** Micro fractografía del acero S240 según ASTM F1624 en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm<sup>2</sup>.

En la tabla 4.1 se recogen los resultados de límite elástico y tensión de rotura para los ensayos ASTM E8 de tracción al aire, y las tensiones umbral de los ensayos ASTM F1624 en los diferentes ambientes.

	Aire		1 mA/cm <sup>2</sup>	5 mA/cm <sup>2</sup>	10 mA/cm <sup>2</sup>
	S <sub>y</sub> (Mpa)	S <sub>u</sub> (Mpa)	σ <sub>th</sub> (Mpa)	σ <sub>th</sub> (Mpa)	σ <sub>th</sub> (Mpa)
X80	621.3	692.9	556.1	446.46	436.01
S240	447.7	547.1	379.47	265.29	257.98

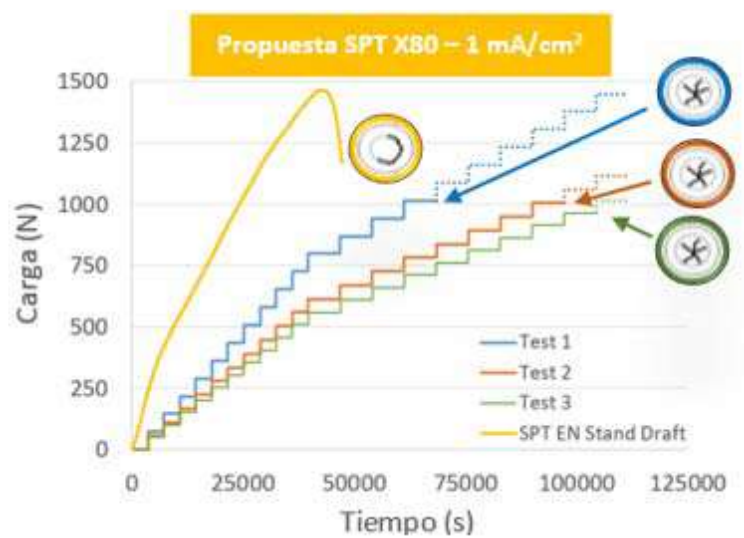
**Tabla 4.1.** Resumen de los resultados experimentales.

## 4.2 Resultados propuesta Small Punch con escalones de carga

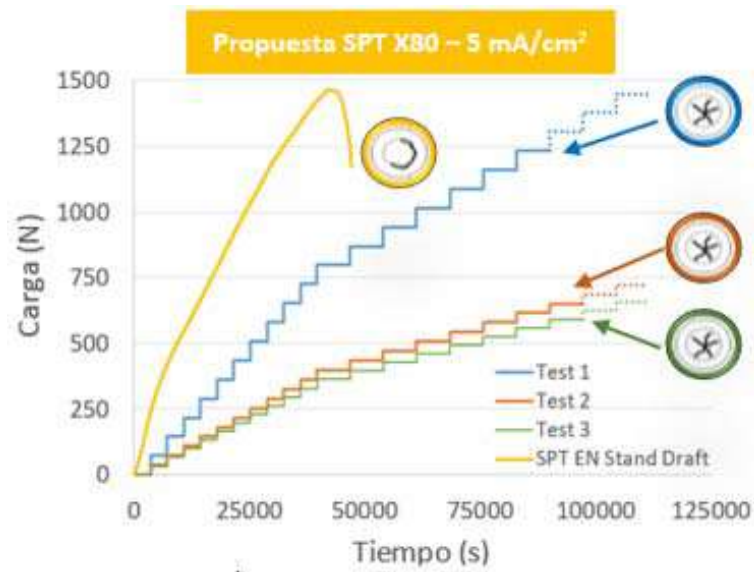
En el presente capítulo, se muestran los resultados de los ensayos realizados según la metodología propuesta en el trabajo, escalones incrementales aplicados a Small Punch, tal y como quedó descrito en el capítulo 3.4.2. En cada una de las gráficas presentadas se muestra representado un ensayo al aire según la norma europea SPT junto con los ensayos en ambiente, los cuales se representan con líneas continuas hasta el momento de la rotura de la probeta, tras lo cual, quedan representadas con líneas discontinuas, esa parte del ensayo, como cabe esperar nunca ocurre, pero quedan así representados los 20 escalones.

Junto a cada curva, se representa de forma esquemática el tipo de rotura que se observó en cada probeta. Si la rotura fue frágil, se forma una estrella, si en cambio, la rotura fue dúctil, en la probeta se observa una rotura en forma de medialuna. Como se puede deducir, en los ensayos al aire, las roturas fueron dúctiles, mientras que, en todos los ensayos en ambiente, las roturas fueron frágiles, fruto de la fragilización a la que fueron sometidos.

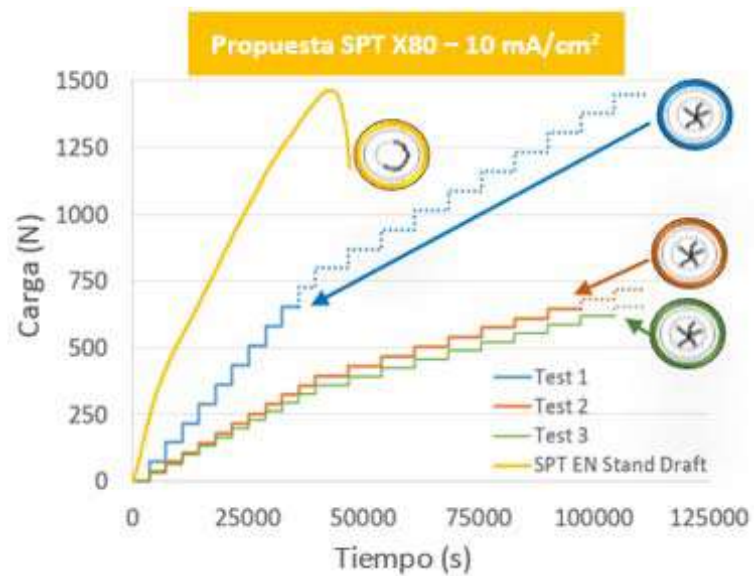
#### 4.2.1 Propuesta Small Punch en acero X80



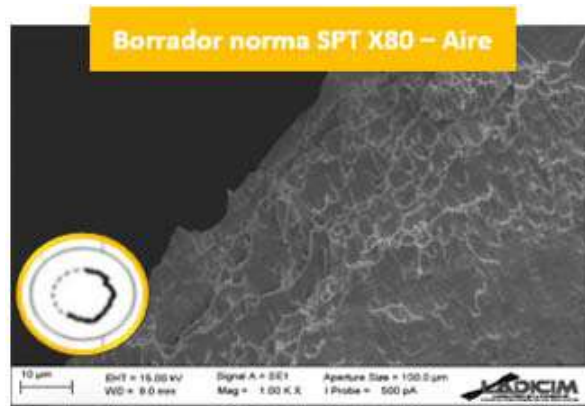
**Figura 4.15.** Gráfica carga-tiempo del acero X80 ensayado según la propuesta Small Punch en un entorno de polarización catódica de  $1 \text{ mA/cm}^2$ .



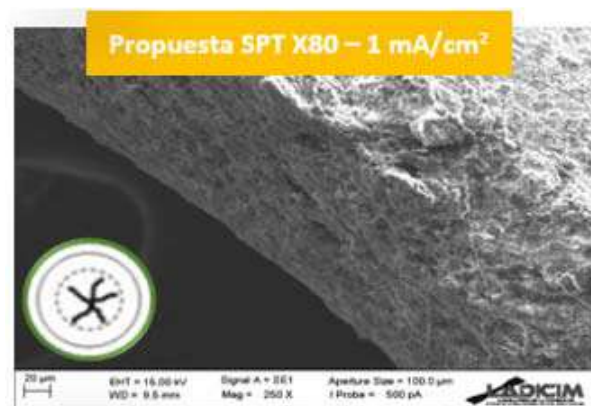
**Figura 4.16.** Gráfica carga-tiempo del acero X80 ensayado según la propuesta Small Punch en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm<sup>2</sup>.



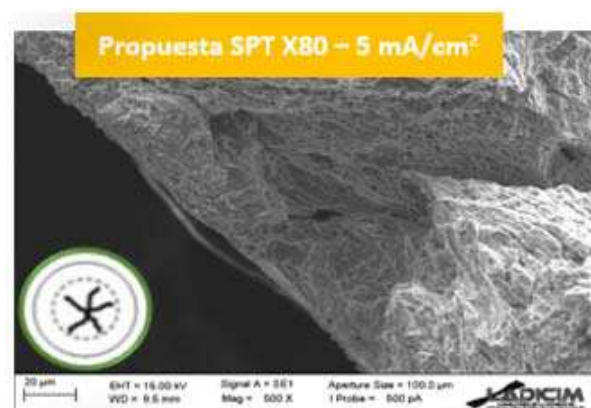
**Figura 4.17.** Gráfica carga-tiempo del acero X80 ensayado según la propuesta Small Punch en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm<sup>2</sup>.



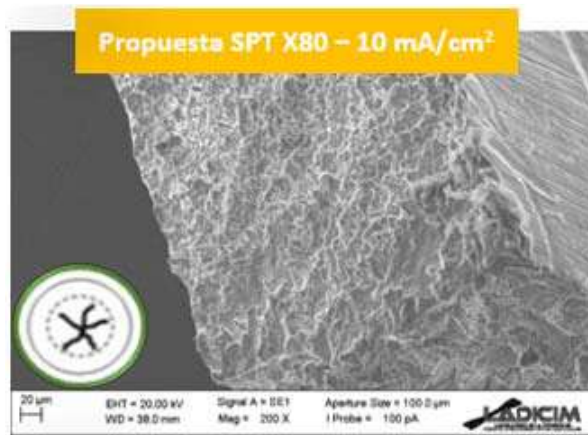
**Figura 4.18.** Micro fractografía del ensayo Small Punch en acero X80 al aire.



**Figura 4.19.** Micro fractografía del ensayo Small Punch en acero X80 en un entorno de polarización catódica de  $1\text{ mA/cm}^2$ .



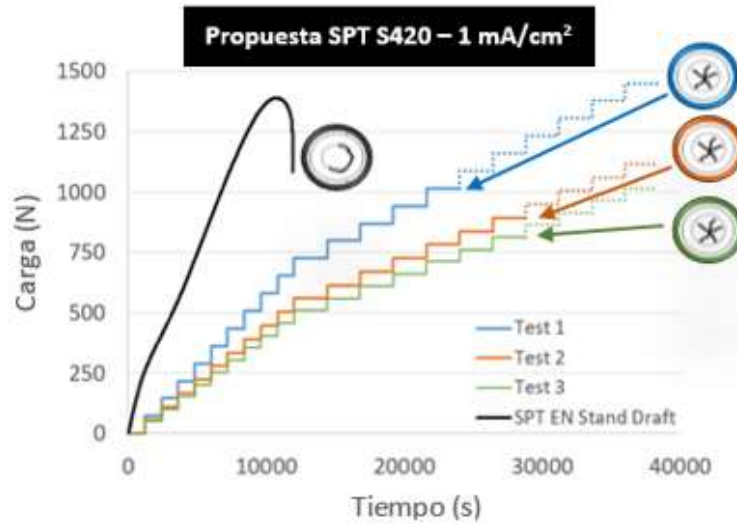
**Figura 4.20.** Micro fractografía del ensayo Small Punch en acero X80 en un entorno de polarización catódica de  $5\text{ mA/cm}^2$ .



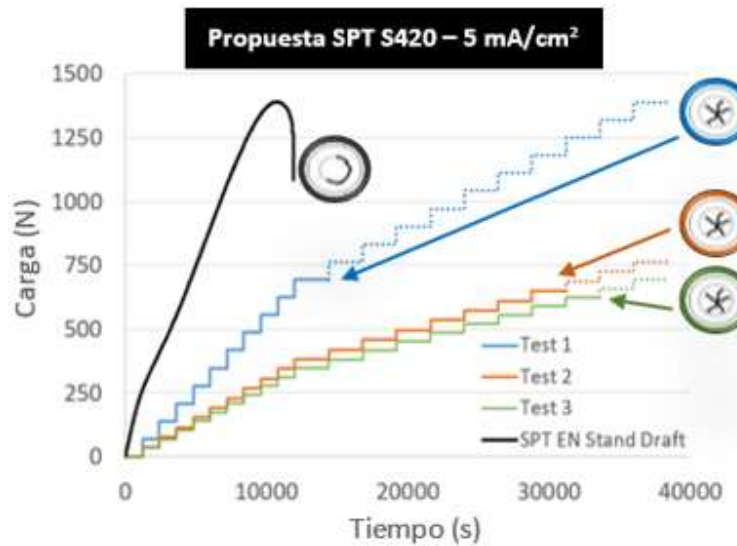
**Figura 4.21.** Micro fractografía del ensayo Small Punch en acero X80 en un entorno de polarización catódica de  $10 \text{ mA/cm}^2$ .



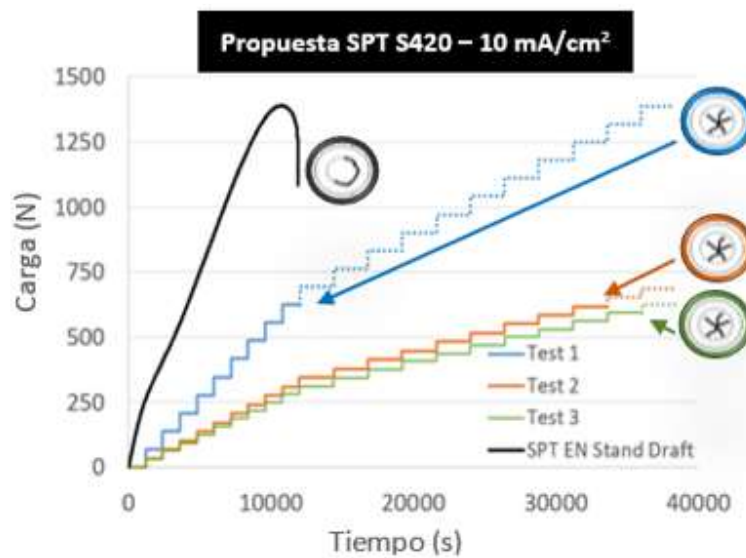
#### 4.2.2 Propuesta Small Punch en acero S420



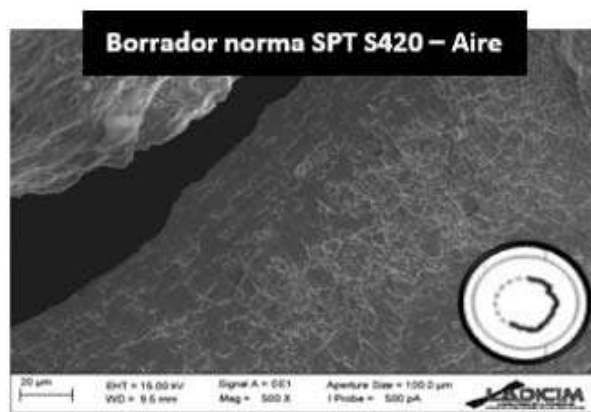
**Figura 4.22.** Gráfica carga-tiempo del acero S420 ensayado según la propuesta Small Punch en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm<sup>2</sup>.



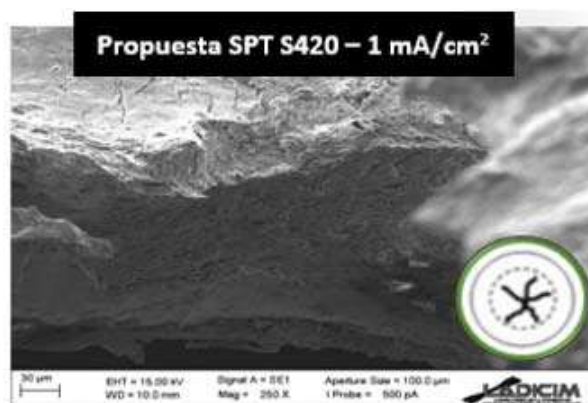
**Figura 4.23.** Gráfica carga-tiempo del acero S420 ensayado según la propuesta Small Punch en un entorno de polarización catódica de 5 mA/cm<sup>2</sup>.



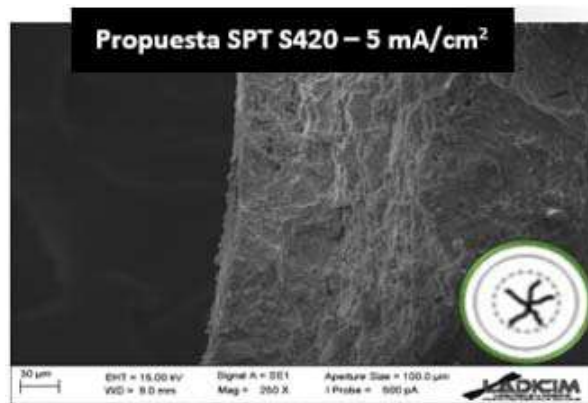
**Figura 4.24.** Gráfica carga-tiempo del acero S420 ensayado según la propuesta Small Punch en un entorno de polarización catódica de 10 mA/cm<sup>2</sup>.



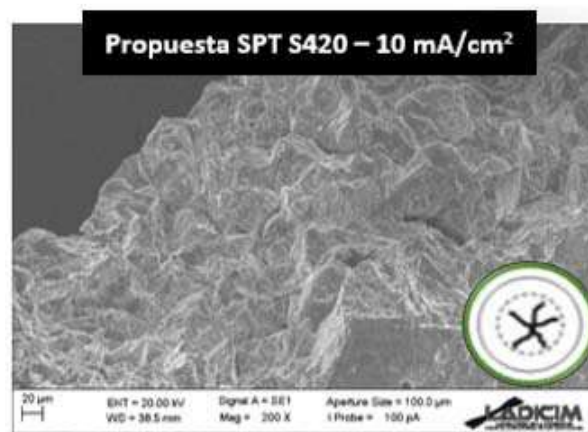
**Figura 4.25.** Micro fractografía del ensayo Small Punch en acero S420 al aire.



**Figura 4.26.** Micro fractografía del ensayo Small Punch en acero X80 en un entorno de polarización catódica de 1 mA/cm<sup>2</sup>.



**Figura 4.27.** Micro fractografía del ensayo Small Punch en acero X80 en un entorno de polarización catódica de  $5 \text{ mA/cm}^2$ .



**Figura 4.28.** Micro fractografía del ensayo Small Punch en acero X80 en un entorno de polarización catódica de  $10 \text{ mA/cm}^2$ .

En la tabla 4.2 se recogen los resultados de carga de transito de las condiciones elásticas a las plásticas definida según la metodología del primer punto de inflexión propuesto por Lacalle [9],  $P_y$ , y de la carga máxima,  $P_{\text{máx}}$ , para el caso de ensayos Small Punch al aire según la norma europea, y de la fuerza umbral para los ensayos según la propuesta de ensayo Small Punch por escalones para cada uno de los ambientes propuestos.

	Aire		1 mA/cm <sup>2</sup>	5 mA/cm <sup>2</sup>	10 mA/cm <sup>2</sup>
	P <sub>y</sub> (N)	P <sub>máx</sub> (N)	P <sub>th</sub> (Mpa)	P <sub>th</sub> (Mpa)	P <sub>th</sub> (Mpa)
X80	121	1490	943	638	620
S240	69	1465	812	625	584

**Tabla 4.2.** Resumen de los resultados experimentales.

### 4.3 Comparación de ambas técnicas

El objetivo de este trabajo es aplicar la técnica de carga escalonada de la norma ASTM F1624 al ensayo Small Punch y obtener la tensión umbral en un ambiente agresivo. Para comprobar que la aplicación es posible, se han de comprar los resultados obtenidos de la técnica original ASTM F1624 y la propuesta de Small Punch, para averiguar si siguen un patrón similar.

Al analizar las gráficas de ASTM F1624 de las Figuras 4.1 a 4.3 y 4.8 a 4.10 y de la técnica propuesta Small Punch de las Figuras 4.15 a 4.17 y 4.22 a 4.24, se puede observar que presentan características similares, en ambientes homólogos el número de escalones necesarios para alcanzar el umbral fue el mismo en ambas técnicas y para todos los ensayos. Además, la reducción de fuerza con respecto a la carga máxima en los respectivos ensayos al aire, ASTM E8 y el de la norma europea SPT, fue cualitativamente similar. Por lo tanto, podemos afirmar que tanto los resultados como la apariencia de las secuencias de escalones fueron equivalentes en ambas técnicas.

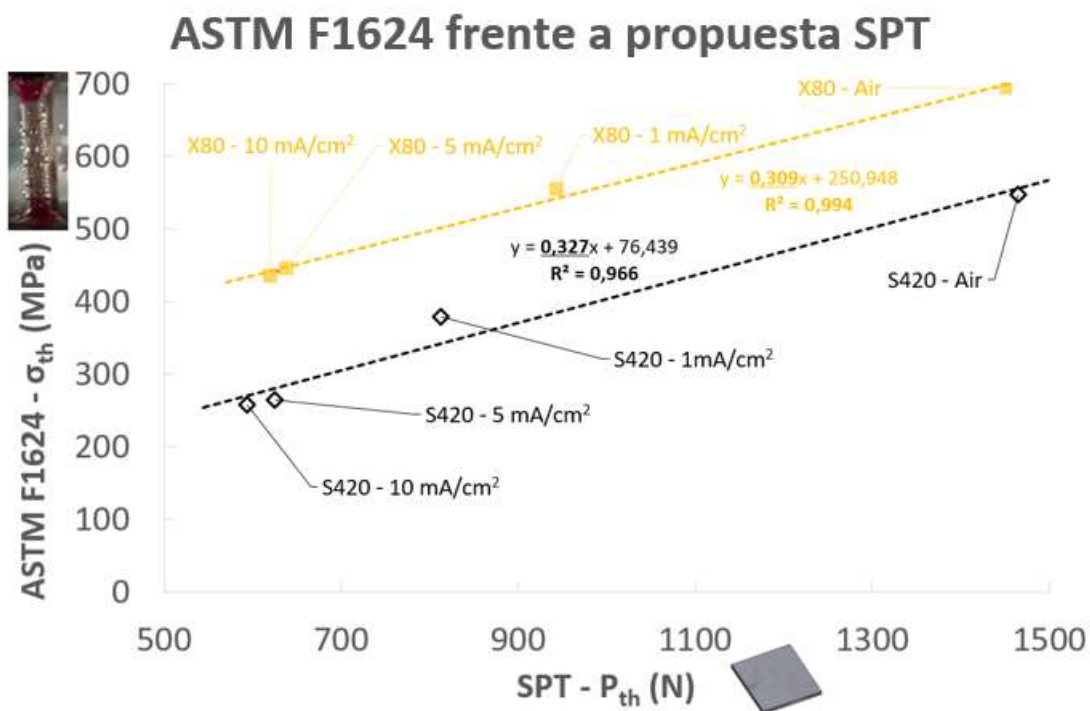
En lo que respecta a los micro mecanismos de rotura, comparando las figuras de ambas técnicas, Figuras 4.4 a 4.7 y 4.11 a 4.14 y Figuras 4.18 a 4.21 y 4.25 a 4.28, se observa un fenómeno de fragilización que aumenta a medida que se incrementa la agresividad del medio en ambas técnicas, lo que indica que también se puede establecer una relación de equivalencia entre ambas.

Tanto las superficies de rotura de las probetas como los resultados numéricos tienden a converger para las condiciones ambientales más agresivas, 5 mA/cm<sup>2</sup> y 10 mA/cm<sup>2</sup>, lo

cual podría indicar una posible saturación de hidrogeno en las muestras con más alta intensidad de corriente, esto es, el material ya no absorbe más hidrogeno.

Por último, podemos relacionar las tablas 4.1 y 4.2, dando lugar a la figura 4.29, que muestra la equivalencia de ambas técnicas estudiadas, comparando los datos de tensión umbral (MPa) de los ensayos según ASTM F1624 con los datos de carga umbral (N) de la técnica de Small Punch propuesta.

Se puede observar un fenómeno lineal de fragilización en ambos aceros que además siguen la misma tendencia, ya que ambas rectas de regresión tienen pendientes muy similares (0.309 en el X80 y 0,327 en el S420).



**Figura 4.29.** Resultados de las tensiones umbrales según ASTM F1624 frente a las cargas umbral Small Punch propuesto sobre los aceros X80 y S240 en ambientes con diferentes agresividades [18].

#### 4.4 Concentración de hidrogeno en las probetas

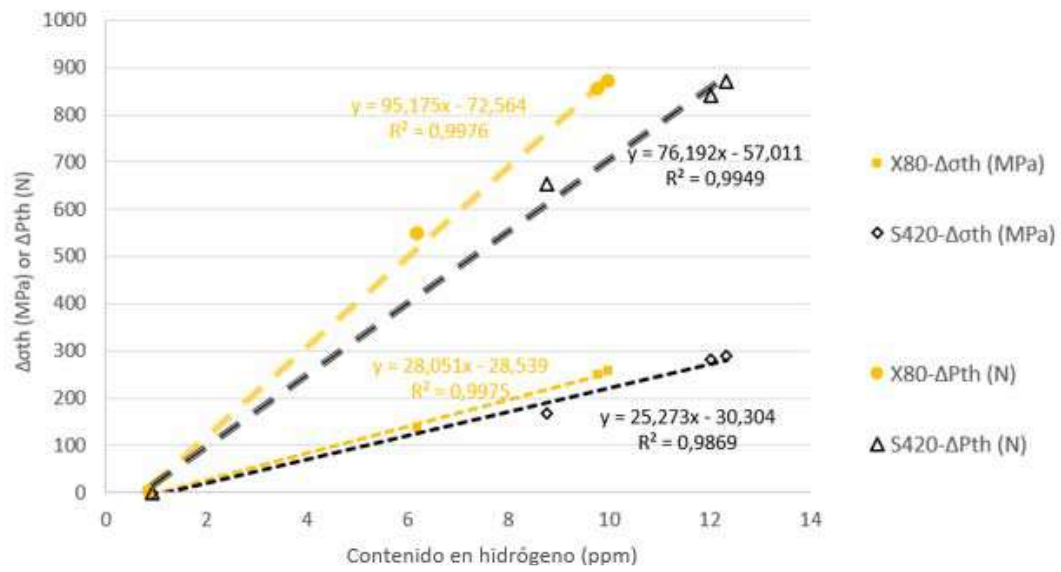
A la vista de los resultados expuestos, cabe destacar la escasa variación de los valores de resistencias mecánicas entre los ensayos con intensidades de corriente de 5 y 10 mA/cm<sup>2</sup> en ambas técnicas utilizadas, por esta razón, podemos decir que las probetas expuestas al ambiente de 10 mA/cm<sup>2</sup> son capaces de reflejar las condiciones adversas de saturación de hidrógeno.

Con el objetivo de documentar esta evidencia, se realizan ensayos de contenido de hidrógeno en las probetas de ambos aceros y para las cuatro condiciones ambientales estudiadas, analizando 5 muestras para cada condición empleando la técnica de extracción en caliente previa limpieza con acetona pura y siguiendo las recomendaciones recogidas en [19]. La media de los resultados se muestra en la tabla 4.3, donde se confirma la hipótesis postulada al ver los resultados de las tensiones y cargas umbral, ya que los contenidos de hidrógeno para corrientes de 5 y 10 mA/cm<sup>2</sup> se encuentran muy cercanos entre sí, con menos de un 2.5% de diferencia.

	Aire (ppm)	1 mA/cm <sup>2</sup>	5 mA/cm <sup>2</sup>	10 mA/cm <sup>2</sup>
X80	0.89	6.20	9.79	10.01
S240	0.92	8.75	12.02	12.33

**Tabla 4.3.** Resumen de concentración de hidrógeno.

Con estos últimos resultados obtenidos, se puede establecer una relación de proporcionalidad entre la tensión umbral y las fuerzas umbral con el contenido de hidrógeno de los dos ensayos, como se muestra en la figura 4.30. En la gráfica nuevamente se observa un comportamiento lineal de la fragilización en los cuatro ambientes estudiados y para ambos aceros. Esto indica una correlación entre el efecto de fragilización por hidrógeno y el contenido de hidrogeno.



**Figura 4.30.** Comparación entre el contenido de hidrógeno y la reducción de las tensiones umbra y fuerzas umbral [18].

## 5. CONCLUSIONES

### 5.1 Conclusiones

En este trabajo se ha presentado una adaptación de la metodología de Small Punch recogida en la norma ASTM F1624 mediante escalones de carga incrementales para estimar el umbral en ambientes agresivos, para obtener la carga umbral  $P_{th-SPT}$ , obteniendo los resultados con al menos 3 muestras en un intervalo corto de unos días.

Para adaptar la metodología ha sido necesario introducir una serie de modificaciones a la norma en base a las características intrínsecas del ensayo Small Punch:

- La carga de rotura rápida para los ensayos Small Punch se define como la carga máxima,  $P_{m\acute{a}x}$ , alcanzada en el ensayo en condiciones al aire y con una velocidad de punzón de 0.01 mm/s.
- El tiempo de absorción de hidrogeno de las muestras, previo al ensayo, se fija en un mínimo de 2 horas, que es suficiente para saturar una placa de 0.5 mm de espesor en las diferentes intensidades de corriente que se utilizan para ello.
- Los tiempos de carga de los escalones se reducen con respecto a la norma ASTM F1624 en seis veces. De esta forma, los primeros 10 escalones tienen un tiempo de carga de 20 minutos cada uno, seguidos por los 10 últimos escalones, que tendrán una duración de 40 minutos. Así, un ensayo de 20 escalones tendría una duración de 10 horas, haciéndolo posible en una misma jornada.

Para el estudio, se han seleccionado los aceros X80 y S240 de alta y media resistencia respectivamente, que se han sometido a un ambiente de fragilización por hidrogeno simulado mediante la técnica de polarización catódica en un electrolito ácido, de 1N de



H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en H<sub>2</sub>O en el que se han aplicado tres niveles de intensidad, 1, 5 y 10 mA/cm<sup>2</sup>, además de una caracterización al aire.

Para obtener una referencia, se han realizado unos ensayos de tracción normalizados según la norma ASTM F1624, en los mismos ambientes antes citados. Por otro lado, se ha aplicado la metodología propuesta en este trabajo a una serie de probetas en esas mismas condiciones.

Los resultados de ambas técnicas han sido comparados a nivel de los parámetros mecánicos y con referencia a los micro mecanismos de fallo.

- Los ensayos Small Punch reprodujeron fielmente el efecto de la fragilización del hidrogeno con precisión en ambos aceros.
- En ambas técnicas se observó una fragilización progresiva a medida que el efecto ambiental se volvía más agresivo.
- Se observó una tendencia de fragilización lineal entre los tres ambientes estudiados para cada uno de los dos materiales, mostrando una buena correlación entre ambos.

A la vista de los resultados, podemos concluir que la metodología propuesta es capaz de reproducir los fenómenos ambientales y micro mecanismos observados en la técnica clásica normalizada, y que, queda validada y su viabilidad probada.

## 5.2 Trabajo futuro

En vista de lo expuesto durante todo el trabajo, la línea de trabajo futuro para optimizar el proceso pasa por los siguientes aspectos:

- Será necesario mecanizar el proceso de carga de los escalones, para así evitar la carga manual por un operario, lo que siempre puede producir errores, evitando así tanto la presencia como el posible error humano, abaratando incluso aún más este ensayo. Basta con acoplar el utillaje usado y descrito en este trabajo a una máquina electromecánica programable que permita hacer los incrementos de cargas cuando se le exija, pudiendo mecanizar tanto el sistema que no sería necesario más que colocar las probetas en la máquina.
- Deben de optimizarse los tiempos de los escalones, ya que los utilizados en este trabajo son meras aproximaciones, las cuantías de 20 y 40 minutos fueron tomadas por simplicidad operativa en una primera aproximación, quedando así sobredimensionados. Sería conveniente hacer ensayos Small Punch análogos a los empleados, pero con reducciones de tiempo de los escalones, para encontrar la duración óptima de los mismos sin que se produzcan variaciones en los resultados finales.
- Finalmente, es necesario trabajar en la consecución de expresiones, o correlaciones empíricas, que permitan la estimación de la tensión umbral únicamente mediante los ensayos Small Punch con la metodología de escalones incrementales.

## 6. BIBLIOGRAFÍA

1. *ASTM F1624-12, Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique*; ASTM International: West Conshohocken, PA, 2012;
2. Sih, Gc. Fracture toughness concept. In *Properties Related to Fracture Toughness*; ASTM International, 1976.
3. Hirth, J.P. Effects of hydrogen on the properties of iron and steel. *Metall. Trans. A* **1980**, *11*, 861–890.
4. Manahan, M.P.; Argon, A.S.; Harling, O.K. The development of a miniaturized disk bend test for the determination of postirradiation mechanical properties. *J. Nucl. Mater.* **1981**, *104*, 1545–1550.
5. Arroyo, B.; Álvarez, J.A.; Lacalle, R. Analysis of the small punch test capability to evaluate the response of high strength steels facing HIC or SCC. In Proceedings of the American Society of Mechanical Engineers, Pressure Vessels and Piping Division (Publication) PVP; 2016; Vol. 6B-2016.
6. Matocha, K.; Hurst, R. Small punch testing-the transition from a code of practice to a european testing standard. In Proceedings of the Key Engineering Materials; 2017; Vol. 734 KEM.
7. Eskner, M.; Sandstrm, R. Mechanical property evaluation using the small punch test. *J. Test. Eval.* **2004**, *32*, 282–289.
8. Mao, X.; Takahashi, H. Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk ( $\varnothing$  3 mm) small punch tests. *J. Nucl. Mater.* **1987**, *150*.
9. Lacalle, R. Determinación de las propiedades en tracción y fractura de materiales metálicos mediante ensayos Small Punch, Universidad de Cantabria, 2012.
10. Arroyo, B.; Álvarez, J.A.; Lacalle, R.; Uribe, C.; García, T.E.; Rodríguez, C. Analysis of key factors of hydrogen environmental assisted cracking evaluation by small punch test on medium and high strength steels. *Mater. Sci. Eng. A* **2017**, *691*, 180–194.
11. Timoshenko, S.P. Theory of Plates and Shells. *Nature* 1941, *148*.
12. *ASTM E8 / E8M-16a, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*; ASTM International: West Conshohocken, PA, 2016;

13. Standard, A. *ASTM E8 "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials"*; 2004; Vol. 3;.
14. *BS EN 10225:2009, Weldable Structural Steels for Fixed Offshore Structures Technical Delivery Conditions*; 2009; ISBN 978 0 580 64623 2.
15. Souza, D.E.F.; Leal, J.E.S.; Filho, W.W.B.; Arencibia, R.V.; Franco, S.D. An alternative method for the invariant threshold force evaluation in incremental step loading tests. *J. Test. Eval.* **2021**, *49*.
16. Bernstein, I.M.; Pressouyre, G.M. *Role of traps in the microstructural control of hydrogen embrittlement of steels*; Noyes Publ, Park Ridge, NJ: Pittsburgh, 1988; ISBN 0815510276.
17. García, T.E.; Rodríguez, C.; Belzunce, F.J.; Peñuelas, I.; Arroyo, B. Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test. *Mater. Sci. Eng. A* **2015**, *626*, 342–351.
18. Arroyo, B.; Andrea, L.; Gutiérrez-Solana, F.; Álvarez, J.A.; González, P. Threshold stress estimation in hydrogen induced cracking by Small Punch tests based on the application of the incremental step loading technique. *Theor. Appl. Fract. Mech.* **2020**, *110*.
19. Arroyo, B.; Andrea, L.; Álvarez, J.A.; Cicero, S.; Lacalle, R. Analysis of samples cleaning methods prior to hydrogen content determination in steel. *Metals (Basel)*. **2020**, *10*.